



# Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium

Benoît Gaudout

## ► To cite this version:

Benoît Gaudout. Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009. Français. NNT : . tel-00376031

**HAL Id: tel-00376031**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00376031>**

Submitted on 16 Apr 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



ED Sciences Fondamentales et Appliquées

*N° attribué par la bibliothèque*

□□□□□□□□□□

# **T H E S E**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS**

Spécialité “Science et Génie des Matériaux”

par

**Benoît Gaudout**

Soutenue le 13 mars 2009

**Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification  
par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium**

*Directeur de thèse : Eric Felder*

*Maître de thèse : Roland Logé*

Jury

M. Frank Montheillet  
M. Patrick Deneuille  
M. Francis Wagner  
M. Eric Felder  
M. Alexis Gaillac  
M. Roland Logé

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur

## Remerciements

Les travaux permettant la rédaction de ce document n'aurait pas pu être réalisés sans l'aide et le soutien d'un certain nombre de personnes que je tiens à remercier ici.

Tout d'abord de vifs remerciements au personnel technique et scientifique du CEMEF et du CRC et en particulier :

- **Suzanne Jacomet** pour la réalisation des essais MEB et sa persévérance, arme indispensable à l'obtention de résultats.
- **Bernard Triger** pour ses conseils et son aide en métallographie, **Gilbert Fiorucci** pour toute l'aide lors des mini-filages et la réalisation des essais de torsion et **Michel-Yves Perrin** ainsi que l'ensemble du groupe **MSR** pour leurs conseils.
- **Eric Barritou** pour sa réactivité ainsi que la collecte d'informations précieuses sur les matériaux et la fourniture de matériel.
- **Marc Bouyssou, Erick Broton** pour la réalisation, parfois dans l'urgence d'usinage pour le mini-filage.

Un grand merci également à **Innocent Boudimbou** pour toute son aide précieuse durant son stage.

Je tiens à remercier l'ensemble des personnes qui m'ont guidé lors de la réalisation de ce projet et en particulier **Vincent Barranx** et **Pierre Barberis** au CRC, **Roland Logé** et **Eric Felder** au Cemef ainsi que **Frank Montheillet** pour ses remarques toujours pertinentes.

Enfin, je remercie **Matthieu Minvielle** ainsi qu'**Alain Le Floc'h** pour la réalisation du banc de mini-filage, outil fiable et fonctionnel et surtout indispensable pour la réalisation de l'étude qui suit.

## Résumé

Des essais sur Zircaloy-4 et Zr-1Nb ont été menés à diverses températures et vitesses de déformation en utilisant un dispositif de mini-filage et un banc de torsion. Les essais de torsion incluent des études de sauts de vitesse. Le Zircaloy-4 est déformé dans le haut domaine  $\alpha$  (phase hcp) tandis que le Zr-1Nb est déformé dans le domaine  $\alpha+\beta$  (hcp+cc). Une caractérisation de la fragmentation de la structure au cours de la déformation, puis de la croissance de grain post-dynamique, a été faite. La principale différence entre les alliages concerne le fait que le Zr-1Nb ne présente pas ou peu de croissance de grain lors d'un maintien dans le domaine  $\alpha+\beta$  après déformation. Le taux de recristallisation et la taille des grains des produits filés, avec ou sans traitement thermique ultérieur, ont été déterminés. Les données rhéologiques et microstructurales ont permis de déterminer les paramètres de trois modèles décrivant successivement : l'évolution de densité moyenne de dislocations à l'intérieur des cristallites (Laasraoui/Jonas [LAA 91]) ; le processus de restauration dynamique continue (Gourdet/Montheillet [GOU 03]) ; la croissance de grain métadynamique. Dans le cas du Zircaloy-4, la modélisation microstructurale permet une prédiction fiable du taux de recristallisation après filage à chaud. Le cas du Zr-1Nb s'avère plus délicat car la finesse des structures déformées complique les observations. Ainsi seule une ébauche de modèle microstructural est proposée.

L'opération de filage utilise une lubrification par un film solide qui, selon des essais de piégeage, est thermoviscoplastique. Le frottement le long du conteneur et diverses observations montrent que le mini-filage est en régime mixte de lubrification du fait notamment de la rupture du film lubrifiant induit par l'hétérogénéité de déformation de ces alliages. Expérience et simulation numérique montrent que le gradient de déplacement axial à travers le produit filé dépend du frottement et est atténué par l'adoucissement de l'alliage filé.



## Abstract

Using torsion tests (with strain rate jumps) and an experimental hot mini-extrusion apparatus, several samples zirconium alloy have been deformed: Zircaloy-4 (high  $\alpha$  range, hcp) and Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$  domain,  $\beta$  being cc). The fragmentation of the microstructure and post-dynamic grain growth have been examined. The main difference between these two alloys is that Zr-1Nb does not show grain growth during a heat treatment within the  $\alpha+\beta$  domain after hot deformation. The recrystallization volume fraction has been measured on extruded samples with or without heat treatment. The rheological and microstructural data have been used to determine the parameters of a microstructural model including: a work-hardening model (Laaasraoui/Jonas [LAA 91]), a continuous dynamic recrystallization model (Gourdet/Montheillet [GOU 03]) and a grain growth model. This model leads to a good prediction of recrystallization volume fraction for Zircaloy-4 extrusion. However, the Zr-1Nb model cannot be validated because of the difficulty to observe the very fine deformed microstructures.

The extrusion process is lubricated with a solid film. Trapping tests show that this lubricant is thermoviscoplastic. Friction along the container and several observations show the lubrication is not realized by a continuous film. Indeed, the heterogeneity of deformation of these alloys causes a rupture of the lubricant film. Experiments and numerical simulations show that the radial gradient of axial displacement is affected by friction but also by the softening of the alloys with increased deformation.

# Table des matières

<b>Table des matières</b> .....	<b>5</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>14</b>
<b>Contexte</b> .....	<b>14</b>
Le tube de gainage. ....	14
La fabrication d'un tube. ....	15
<b>Problématique de thèse</b> .....	<b>15</b>
<b>Chapitre I : Etat de l'art</b> .....	<b>18</b>
<b>I.1. Le procédé de filage à chaud</b> .....	<b>19</b>
<b>I.2. Présentation des alliages étudiés</b> .....	<b>20</b>
I.2.1. Le Zircaloy-4. ....	20
I.2.2. L'alliage Zr-1Nb. ....	21
I.2.3. La structure issue de la trempe depuis le domaine $\beta$ . ....	22
<b>I.3. Comportement mécanique en déformation à chaud</b> .....	<b>24</b>
I.3.1. Mécanismes de déformation. ....	25
I.3.1.1. Systèmes de glissement. ....	25
I.3.1.2. Maclage.....	25
I.3.2. Contrainte d'écoulement.....	25
I.3.3. Déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ . ....	26
<b>I.4. Evolutions microstructurales lors de la déformation à chaud</b> .....	<b>27</b>
I.4.1. Recristallisation dynamique.....	27
I.4.2. Evolution de texture.....	30
<b>I.5. La modélisation de la recristallisation dynamique</b> .....	<b>31</b>
I.5.1. Détermination des fractions recristallisées par une approche type Avrami.....	31
I.5.1.1. La théorie d'Avrami [AVR39, AVR 40].....	31
I.5.1.2. Application à la recristallisation dynamique discontinue.....	34
I.5.2. Prédiction de la courbe contrainte-déformation et approches microstructurales en recristallisation dynamique discontinue.....	35
I.5.2.1. Première approche : les travaux de Luton et Sellars [LUT 69].....	35
I.5.2.2. Modèle de Laasraoui et Jonas [LAA 91].....	36
I.5.3. Modélisation de la recristallisation dynamique continue. ....	38
<b>I.6. La lubrification par film solide en mise en forme</b> .....	<b>43</b>
I.6.1. Principe de la lubrification par film continu.....	43
I.6.2. Lois de frottement [FEL 08]. ....	44
I.6.2.1. Loi de Coulomb et de Tresca.....	45
I.6.2.2. Loi viscoplastique.....	45

<b>Chapitre II : Les dispositifs expérimentaux.....</b>	<b>46</b>
<b>II.1. Le banc de mini-filage.....</b>	<b>47</b>
II.1.1. Principe.....	47
II.1.2. Mise en œuvre.....	48
II.1.2.1. Préparation du lopin.....	48
II.1.2.2. Filage du lopin.....	49
II.1.2.3. Extraction d'ébauche en cours de filage.....	49
II.1.2.4. Mini-filage de billettes composites.....	50
II.1.3. Instrumentation.....	51
II.1.3.1. Les mesures effectuées lors d'un mini-filage.....	51
II.1.3.2. Thermique du mini-filage.....	52
II.1.3.2.1. Estimation de la température effective de mini-filage.....	52
II.1.3.2.2. Gradient thermique lors du chauffage avant mini-filage.....	53
II.1.3.2.3. Mesure de température au refroidissement après mini-filage.....	53
II.1.3.3. Force de mini-filage.....	54
II.1.3.3.1. Evolution de la force durant un mini-filage.....	54
II.1.3.3.2. Estimation des cisssions frottantes entre le conteneur et le lopin à partir de la courbe de force.     55	
II.1.3.3.3. Estimation du cé dage élastique de l'ensemble montage+presse.....	56
II.1.3.3.4. Etude de la reproductibilité des pentes de filage.....	57
<b>II.2. Torsion à chaud.....</b>	<b>59</b>
<b>II.3. Traitements thermiques des échantillons.....</b>	<b>60</b>
<b>II.4. Préparation de surfaces pour observation en microscopie.....</b>	<b>62</b>
<b>II.5. Quantification des microstructures.....</b>	<b>64</b>
II.5.1. Quantification du taux de recristallisation.....	64
II.5.1.1. Méthode.....	64
II.5.1.2. Estimation de l'incertitude de mesure.....	66
II.5.2. Mesure de la taille des grains.....	66
II.5.2.1. Méthode.....	66
II.5.2.2. Estimation de l'incertitude.....	66
<b>II.6. Etude in-situ en microscopie électronique.....</b>	<b>66</b>
<b>II.7. Etude du lubrifiant.....</b>	<b>67</b>
II.7.1. Les essais de piégeage de film solide de lubrifiant.....	67
II.7.2. Dépouillement avancé de l'essai de piégeage.....	69
II.7.2.1. Hypothèses du modèle.....	69
II.7.2.2. Vitesse de cisaillement moyenne.....	70
II.7.2.3. Température moyenne effective.....	71
II.7.2.4. Identification des paramètres rhéologiques.....	72
II.7.2.5. Effet de la déformation du métal.....	73
II.7.3. Mesure de la conductivité thermique de film solide.....	73

<b>Chapitre III : Résultats expérimentaux.....</b>	<b>75</b>
<b>III.1. Caractérisation du Zircaloy-4.....</b>	<b>76</b>
III.1.1. Caractérisation des états initiaux.....	76
III.1.1.1. Etat trempé- $\beta$ .....	76
III.1.1.2. Etat laminé à chaud.....	76
III.1.2. Caractérisation des états filés.....	77
III.1.2.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .....	77
III.1.2.2. Etat initial : laminé à chaud.....	83
III.1.3. Essais de mini-filage interrompus : étude du cône de filage.....	84
III.1.3.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .....	84
III.1.3.2. Etat initial : laminé à chaud.....	90
III.1.4. Effet d'un traitement thermique après filage.....	92
III.1.4.1. Ex situ.....	92
III.1.4.1.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .....	92
III.1.4.1.2. Etat initial : laminé à chaud.....	98
III.1.4.2. In situ (dans un MEB).....	99
III.1.5. Essais de torsion.....	104
III.1.5.1. Comportement rhéologique.....	105
III.1.5.2. Evolutions microstructurales dynamiques.....	108
III.1.5.3. Evolutions microstructurales métadynamiques.....	110
III.1.6. Lien microstructure – rugosité.....	114
III.1.7. Discussion.....	115
III.1.7.1. Comportement rhéologique.....	115
III.1.7.2. Mécanismes de recristallisation du Zircaloy-4 trempé $\beta$ .....	115
III.1.7.3. Effet de la différence d'états initiaux.....	117
<b>III.2. Caractérisation du Zr-1Nb.....</b>	<b>117</b>
III.2.1. Caractérisation des états initiaux.....	117
III.2.1.1. Etat trempé- $\beta$ .....	117
III.2.1.2. Etat laminé à chaud.....	119
III.2.2. Caractérisation des états filés.....	120
III.2.2.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .....	120
III.2.2.2. Etat initial : laminé à chaud.....	121
III.2.3. Essais de mini-filage interrompus : étude du cône de filage.....	122
III.2.4. Effet d'un traitement thermique après filage – comparaison avec le Zircaloy-4.....	125
III.2.4.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .....	125
III.2.4.2. Etat initial : laminé à chaud.....	127
III.2.4.3. Traitements thermiques comparatif Zr-1Nb / Zircaloy-4 en dessous du transus $\alpha/\alpha+\beta$ du Zr-1Nb.....	128
III.2.5. Essais de torsion.....	129
III.2.6. Discussion.....	132
<b>III.3. Caractérisation des conditions de lubrification.....</b>	<b>133</b>

III.3.1. Etudes des forces de mini-filage. ....	133
III.3.2. Observation d'une ligne isochrone initialement normale à l'axe.....	134
III.3.3. Essais de piégeage.....	136
III.3.3.1. Caractérisation à l'aide des essais de piégeage de lubrifiant. ....	136
III.3.3.2. Mesure de conductivité thermique du lubrifiant. ....	137
III.3.3.3. Détermination de la rhéologie du lubrifiant.....	137
III.3.3.4. Validation de l'approche par simulation numérique.....	138
III.3.4. Discussion. ....	140
<b>III.4. Résumé du chapitre. ....</b>	<b>141</b>
<b><i>Chapitre IV : Modélisation. ....</i></b>	<b><i>142</i></b>
<b>IV.1. Simulation numérique du procédé par la méthode des éléments finis.....</b>	<b>143</b>
<b>IV.2. Modèle d'évolutions microstructurales dynamiques et métadynamiques. ....</b>	<b>147</b>
IV.2.1. Modèle d'écrouissage. ....	147
IV.2.2. Modèle de fragmentation. ....	149
IV.2.3. Population initiale de nouveaux grains après déformation.....	150
IV.2.4. Recristallisation métadynamique.....	153
IV.2.5. Estimation de la taille de grain.....	155
<b>IV.3. Identification des paramètres du modèle : Zircaloy-4.....</b>	<b>155</b>
IV.3.1. Informations rhéologiques. ....	158
IV.3.2. Mesures du taux de RX.....	160
IV.3.3. Mesures de taille de grain. ....	163
<b>IV.4. Analyse des résultats obtenus sur Zircaloy-4. ....</b>	<b>164</b>
IV.4.1. Comportement du modèle.....	164
IV.4.2. Cohérence avec les résultats expérimentaux.....	170
IV.4.3. Etudes de sensibilité.....	173
IV.4.3.1. Sensibilité aux données d'entrée.....	173
IV.4.3.2. Sensibilité au paramétrage. ....	176
IV.4.4. Discussion. ....	177
<b>IV.5. Identification des paramètres du modèle : Zr-1Nb.....</b>	<b>178</b>
<b>IV.6. Analyse des résultats obtenus sur Zr-1Nb. ....</b>	<b>179</b>
IV.6.1. Comportement du modèle.....	179
IV.6.2. Etudes de sensibilités. ....	182
IV.6.2.1. Sensibilité aux données d'entrée.....	182
IV.6.2.2. Sensibilité au paramétrage. ....	185
IV.6.3. Discussion. ....	186
<b>IV.7. Modélisation du frottement en mini-filage à chaud. ....</b>	<b>188</b>
IV.7.1. Calcul des cissions de frottement dans le conteneur.....	188
IV.7.2. Calcul du gradient de déplacement axial (isochrone) par simulation numérique..	190
IV.7.3. Discussion. ....	192

<b>IV.8. Résumé du chapitre. ....</b>	<b>193</b>
<b><i>Conclusions</i> .....</b>	<b><i>195</i></b>
<b>Métallurgie. ....</b>	<b>195</b>
<b>Tribologie. ....</b>	<b>197</b>
<b><i>Perspectives</i>.....</b>	<b><i>199</i></b>
<b>Métallurgie. ....</b>	<b>199</b>
<b>Tribologie et simulation numérique du filage.....</b>	<b>200</b>
<b><i>Références</i>.....</b>	<b><i>201</i></b>

## Glossaire

Notation	Unité	Signification
$\lambda$	SU	Rapport de filage
$v$	m/s	Vitesse de filage
$F$	N	Force de filage
$R_c$	m	Rayon intérieur du conteneur
$\tau_c$	MPa	Cission frottante dans le conteneur
$C$	MPa	Cédage élastique du banc de mini-filage
$a$	m	Paramètres de la maille hexagonale du Zr
$c$	m	
$\rho$	kg.m <sup>-3</sup>	Masse volumique
$C_p$	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Chaleur spécifique
$k$	W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Conductivité thermique
$\alpha$	m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>	Diffusivité thermique du lubrifiant
$R$	J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Constante des gaz parfait
$\sigma_0$	MPa	Contrainte d'écoulement du métal dans les essais de piégeage
$\sigma_1$	MPa	Paramètres de la contrainte d'écoulement du métal dans les essais de piégeage
$m_1$	SU	Paramètres de la contrainte d'écoulement du métal dans les essais de piégeage
$\chi$	SU	Constante dans le calcul thermique au piégeage
$R$	m	Rayon des éprouvettes de piégeage
$K$	MPa.s <sup>s</sup>	Consistance du lubrifiant
$s$	SU	Sensibilité à la vitesse du lubrifiant
$\delta$	K <sup>-1</sup>	Sensibilité à la température du lubrifiant
$T_0$	°C	Température de référence dans la rhéologie du lubrifiant
$Pe$	SU	Nombre de Peclet
$h$	m	Hauteur courante et hauteur initiale des lopins au cours des essais de piégeage
$h_i$	m	
$\sigma$	MPa	Contrainte d'écoulement du

		métal
$\sigma_v$	MPa	Contrainte effective
$\sigma_r$	MPa	Contrainte interne
$k_v$	$\text{MPa.s}^{m_v}$	Consistance de $\sigma_v$
$m_v$	SU	Sensibilité à la vitesse de $\sigma_v$
$Q_v$	J/mol	Energie d'activation de $\sigma_v$
$\alpha_0$	SU	Constante dans l'écriture de $\sigma_p$
$m$	MPa	Module élastique de cisaillement
$b$	m	vecteur de burgers
$\rho$	$\text{m}^{-2}$	Densité de dislocations
$U$	$\text{m}^{-2}$	Terme d'écrouissage dans la loi d'évolution de $\rho$
$\Omega$	SU	Terme de restauration dans la loi d'évolution de $\rho$
$A_U$	$\text{m}^{-2}$	Constante dans l'écriture de $U$
$m_U$	SU	Sensibilité à la vitesse $\Omega$
$A_w$	SU	Constante dans l'écriture de $\Omega$
$Q_w$	J/mol	Energie d'activation $\Omega$
$D$	m	Taille de cristallite
$S$	$\text{m}^{-1}$	Densité de joints ou sous-joints de grain
$\alpha$	SU	Constante dans le modèle de fragmentation
$\theta$	°	Angle de désorientation cristallographique
$\theta_0$	°	Angle de désorientation cristallographique d'un sous-joint de grain à sa formation
$\phi$	SU	Fonction de distribution des angles $\theta$
$n$	SU	Nombre d'agencement des dislocations aux sous-joints
$d_0$	m	Taille de grain fragmenté
$S_{RX}$	$\text{m}^{-1}$	Surface totale des nouveaux joints de grain (issus de la CDRX) par unité de volume de matériau recristallisé
$v$	SU	Rapport entre $D$ et $d_0$
$S_{\text{newHAB}}$	$\text{m}^{-1}$	Densité de joints de grains formés pendant la fragmentation de la structure



$\beta$	SU	Probabilité pour les nouveaux joints de grain d'être impliqués dans la formation de nouveaux grains
$k_\beta$	SU	Constante dans l'écriture de $\beta$
$\epsilon_0$	SU	Déformation nécessaire à la formation d'un nouveau joint de grain par CDRX
$N_0$	$m^{-3}$	Densité de grains fragmentés ou de germes
$N$	$m^{-3}$	Densité de grains ou germes dont la croissance est activée
$n_a$	SU	Probabilité d'activation
$X$	SU	Taux de recristallisation
$G$	m/s	Vitesse de joint de grain
$m$	$m^4.J^{-1}.s^{-1}$	Mobilité de joint de grain
$m_0$	$m^4.J^{-1}.s^{-1}$	Constante dans l'écriture de $m$
$Q_G$	J/mol	Energie d'activation de $m$
$\gamma_b$	$J.m^{-2}$	Energie de joint de grain
$r$	m	rayon étendu de grain

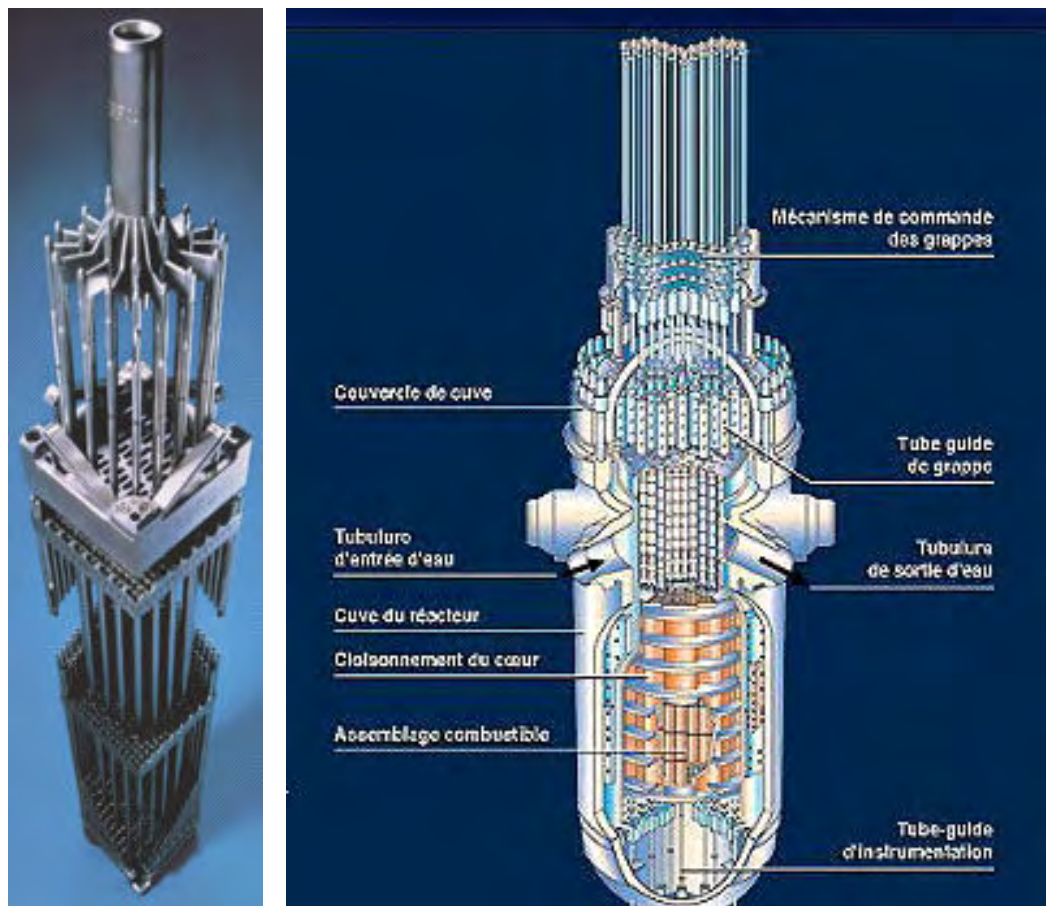
$P_G$	MPa	Force motrice de croissance
$\tau$	J.m	Energie moyenne par unité de longueur d'une dislocation
$\rho_1$	$m^{-2}$	Densité de dislocations d'un matériau recristallisé complètement
$\rho_2$	$m^{-2}$	Densité de dislocations d'un matériau restauré complètement
$t_{p0}$	s	Paramètre de la loi de restauration statique
$t_p$	s	Paramètre de la loi de restauration statique
$Q_{SR}$	J/mol	Energie d'activation de la restauration statique
$V_{ext}$	SU	Fraction volumique recristallisé étendue
$V_g$	SU	Volume étendu d'un grain
$r_{RX}$	m	Taile de grain RX
$P_Z$	MPa	Terme de "Zener drag"
$V_{trempe}$	SU	Paramètre en lien avec la vitesse de trempe

# Introduction.

## Contexte.

### *Le tube de gainage.*

La principale utilisation du zirconium sous forme métallique est faite dans l'industrie nucléaire. En effet, du fait de sa faible section efficace de capture des neutrons, d'une bonne résistance à la corrosion et de propriétés mécaniques satisfaisantes, il est utilisé pour la fabrication des tubes de gainage au cœur des réacteurs nucléaires (voir **Figure 1**). Ces tubes ont pour fonction de contenir le combustible nucléaire. L'arrangement en grappe de ces tubes en fait un échangeur efficace pour transmettre la chaleur dégagée par les réactions nucléaires au fluide du circuit primaire.



*Figure 1 : Assemblage combustible (à gauche) et cœur de centrale nucléaire à eau pressurisée (à droite).*

## ***La fabrication d'un tube.***

Tout d'abord, l'obtention du zirconium sous forme métallique à partir de son minerai, le zircon ou oxyde de zirconium, nécessite une métallurgie extractive assez lourde d'une part du fait de la très grande affinité chimique du Zr vis-à-vis de l'oxygène, mais aussi, compte tenu de l'application finale, du fait de la nécessité d'avoir très peu d'éléments capturant les neutrons tels que Hf, B, Co, Ta, Ti [TRI 05].

Le métal ainsi obtenu est fondu sous vide, après ajout des éléments d'addition, pour obtenir un lingot, déformé une première fois à chaud par forgeage pour obtenir des blocs qui sont ensuite réchauffés, puis trempés, conduisant à la formation d'une microstructure lamellaire du fait d'une transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  rapide au refroidissement. Ces blocs sont usinés sous forme de cylindre, puis percés. Ils sont ensuite réchauffés pour être filés à chaud. L'opération de filage est, dans le processus de fabrication d'un tube, la dernière opération à chaud. Le tube gaine est obtenu après plusieurs passes de laminage à froid (laminage à pas pèlerin), suivies de traitements thermiques sous vide (voir **Figure 2**).

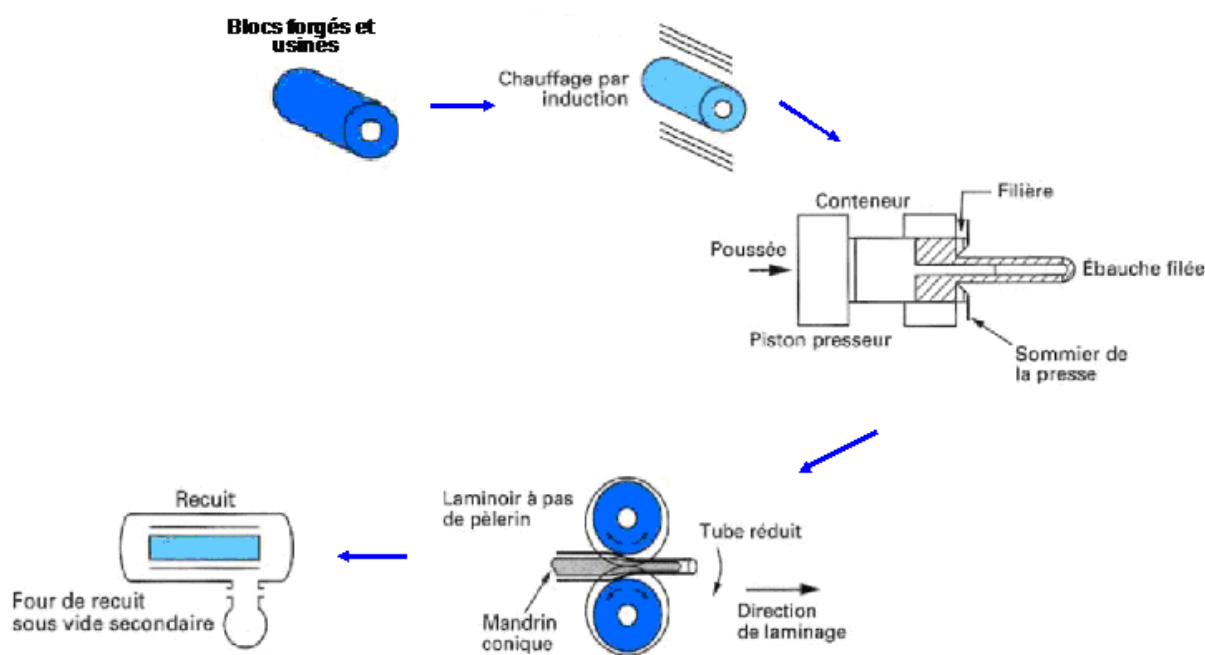


Figure 2 : Cycle de fabrication d'un tube à partir d'un bloc forgé.

## ***Problématique de thèse.***

Les microstructures issues du filage à chaud ont une influence importante, tant au niveau de l'apparition de défauts en laminage qu'au niveau de la maîtrise de la microstructure finale et des propriétés résultantes. Les travaux présentés dans ce document font suite à deux études réalisées autour des évolutions métallurgiques au cours de la déformation à chaud.

La thèse de Logé [LOG 99] présente une caractérisation de l'évolution des textures du Zircaloy-4 au cours du filage à chaud et en propose une modélisation. Une rapide

caractérisation des phénomènes de recristallisation métadynamiques est aussi faite. Cependant, cette étude ne porte que sur des échantillons provenant de tubes filés industriellement, ce qui limite fortement les possibilités de diversifier les conditions de déformation et ainsi d'analyser plus finement les phénomènes sous-jacents : il est plus difficile dans des conditions industrielles, par rapport à des conditions de laboratoire, de connaître précisément l'histoire thermomécanique du métal au cours de sa mise en forme.

La thèse de Chauvy [CHA 04] est plus focalisée sur la caractérisation de la rhéologie et des évolutions microstructurales du Zircaloy-4, et en particulier sur la caractérisation des phénomènes de recristallisation. Les expertises métallurgiques sont réalisées le plus souvent par l'observation par EBSD des échantillons provenant d'essais de torsion ou de compression. Ainsi, les conditions de déformation approchent, sans pouvoir les reproduire, les conditions de déformation en filage à chaud. Néanmoins, ces études ont permis de mettre en évidence les mécanismes de recristallisation lors de la déformation à chaud du Zircaloy-4.

A côté des questions métallurgiques, l'aspect tribologique du filage à chaud s'avère être une problématique importante. D'une part, la simulation numérique du filage à chaud, qui permet d'estimer l'histoire thermomécanique des éléments de matière lors du procédé, nécessite une modélisation du comportement mécanique des interfaces entre le métal et les outils. D'autre part, les conditions de lubrification du procédé jouent un rôle majeur dans l'apparition de certains défauts superficiels lors du procédé de mise en forme.

L'objectif de la thèse est de caractériser et modéliser les évolutions microstructurales de deux alliages de zirconium, le Zircaloy 4 et le Zr-1Nb, et les conditions de lubrification associées lors de la mise en forme par filage à chaud. Pour réaliser cet objectif, en complément de moyen d'essais classiques de type torsion à chaud et fours ou platine de traitements thermiques, nous disposons d'un montage expérimental de mini-filage à chaud réalisé par Minvielle [MIN 04 1 & 2] ; ce montage permet la réalisation d'essais dans des conditions de déformation proches des conditions industrielles de filage, mais en laboratoire,

Ce manuscrit comprend ainsi quatre chapitres :

- Le premier chapitre est un état de l'art qui décrit d'abord les alliages étudiés et leur comportement lors de la déformation à chaud. On présente ensuite de manière détaillée quelques modèles des évolutions microstructurales (écrouissage, recristallisation dynamique). Enfin le mode usuel de lubrification par film solide des opérations de filage à chaud est décrit.
- Le second chapitre présente les méthodes expérimentales utilisées, en particulier le dispositif de mini-filage et ses diverses modalités de mise en œuvre. On décrit plus succinctement les autres essais : torsion, traitements thermiques, piégeage de lubrifiant et les méthodes d'observation et quantification de la microstructure : analyse d'image, EBSD.
- Le troisième chapitre expose les résultats expérimentaux obtenus avec le dispositif de mini-filage et les autres essais de laboratoire afin de caractériser les évolutions métallurgiques et le lubrifiant principal (film solide).

Enfin, dans le quatrième et dernier chapitre, les résultats expérimentaux sont utilisés pour identifier les paramètres de trois modèles décrivant successivement : la densité de

dislocations à l'intérieur des cristallites et dans les sous-joints et joints de grains (Laasraoui/Jonas) ; le processus de restauration dynamique continue (Gourdet/Montheillet) ; la croissance de grain métadynamique. Enfin, on analyse à l'aide de la simulation numérique et des résultats expérimentaux de filage et de piégeage le régime de lubrification et le frottement lors du filage.

## Chapitre I : Etat de l'art.

Dans ce chapitre sont présentés les résultats de la littérature sur lesquels s'appuient les travaux de thèse :

- Après une rapide présentation des connaissances scientifiques sur le procédé de filage à chaud, trois paragraphes présentent respectivement : les caractéristiques générales des alliages étudiés Zircaloy-4 et Zr-1Nb ainsi que la structure de trempe qui constitue l'état initial avant filage dans le procédé industriel, puis leur comportement lors de la déformation à chaud et enfin leurs caractéristiques de recristallisation dynamique.
- Ensuite, un paragraphe donne un aperçu des différentes méthodes utilisées pour la modélisation de la recristallisation dynamique.
- Enfin, un dernier paragraphe présente la lubrification lors du filage à chaud.

### 1.1. Le procédé de filage à chaud.

Le filage est un procédé de mise en forme à chaud des métaux qui consiste à mettre en pression un bloc métallique introduit dans une chambre afin qu'il s'écoule par une ouverture [PER 93]. Ce procédé permet notamment la réalisation de profilés pleins et tubulaires sans soudure (voir **Figure 3**).

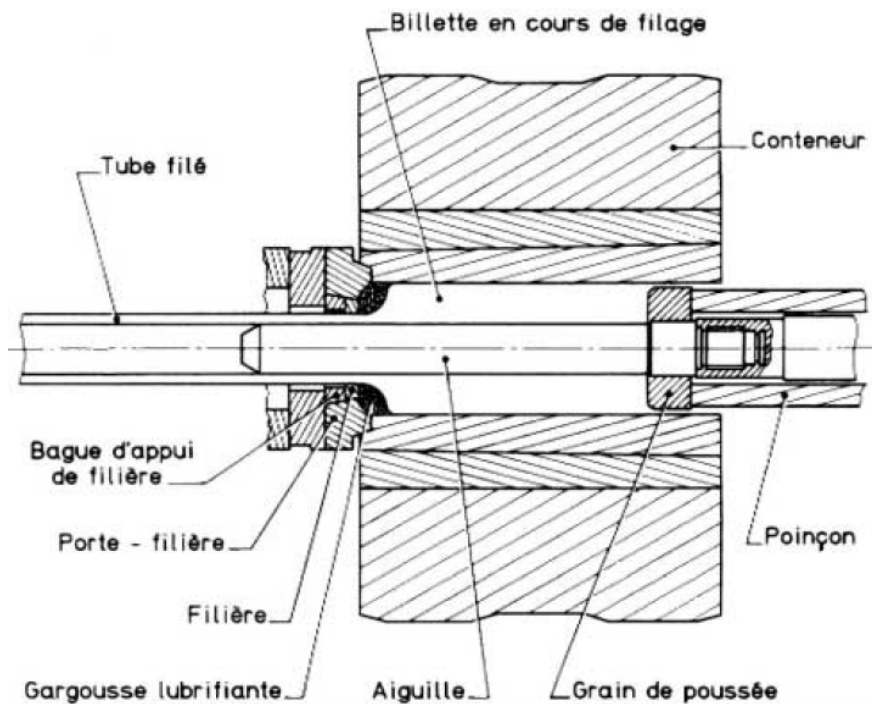


Figure 3 : Schéma de filage d'un tube [PER 93].

D'abord utilisé pour la mise en forme de métaux mous (XIX<sup>e</sup> siècle), le filage des alliages cuivreux, puis des alliages d'aluminium se développe par la suite. Ce n'est qu'avec la mise au point du filage lubrifié par le verre (procédé Ugine-Séjournet vers 1945) que la mise en forme de métaux durs comme l'acier devient possible [FEL 04].

Les principaux outillages entrant en jeu dans déformation de la billette sont :

- Le conteneur qui constitue l'enceinte dans laquelle le métal est mis en pression.
- La filière qui impose la surface extérieure du produit obtenu après déformation.
- Le grain de poussée (aussi appelé fouloir ou poinçon) qui vient appliquer les efforts de presse et assurer l'écoulement du métal à travers la filière.
- L'aiguille, généralement montée sur le poussoir pour les alliages durs, dont la section droite correspond au profil intérieur souhaité sur le produit.

L'opération est caractérisée par le rapport de filage  $\lambda$  qui est le rapport entre l'aire des sections de la billette et du produit sortant de la filière.



## 1.2. Présentation des alliages étudiés.

Il a fallu attendre 1925 pour que le zirconium, découvert en 1789 par Klaproth, soit obtenu sous forme métallique assez pure par Van Arkel et De Boer [CHA 05 2]. Son utilisation comme matériau de gainage du combustible dans les réacteurs nucléaires à eau se développe à partir de 1947 du fait de sa faible section efficace de capture neutronique [TRI 05]. Sur le plan cristallographique, le zirconium présente une structure de type hexagonale compacte ou hcp (phase  $\alpha$ ) à température ambiante et cubique centrée ou cc (phase  $\beta$ ) au dessus de la température de transformation allotropique de 865°C. Les paramètres de maille sont  $a=0,323$  nm et  $c=0,515$  nm (voir **Figure 4**), soit un rapport  $c/a$  de 1,59 ce qui le classe dans les hexagonaux dont le principal mode de déformation plastique est le glissement prismatique (le rapport  $c/a$  est ici inférieur à 1,63, valeur caractérisant l'empilement idéal correspondant à une compacité maximale).

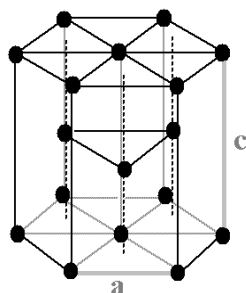


Figure 4 : La maille hexagonale.

### 1.2.1. Le Zircaloy-4.

Le Zircaloy-4 ou Zy-4 est un alliage dérivé du Zircaloy-2 ne contenant pas de Ni. Il a été développé afin d'obtenir un alliage qui présente une meilleure résistance à la corrosion en fonctionnement que le zirconium pur. Historiquement, la première coulée de Zircaloy-2 résulte d'une contamination accidentelle d'un alliage Zr - 2.5 Sn par de l'acier inoxydable.

Les éléments d'alliage présents dans le Zircaloy-4 (voir **Tableau 1**) font apparaître un domaine biphasé hcp-cc compris entre 810 °C et 980 °C. Le filage de Zy4 se fait à une température inférieure à celle de la transition  $\alpha/\alpha+\beta$  dans une plage que l'on appellera le haut domaine  $\alpha$ .

Eléments	Sn	Fe	Cr	O	Fe+Cr
Teneur massique en %	1,20 à 1,70	0,18 à 0,24	0,07 à 0,13	0,09 à 0,16	0,28 à 0,37

Tableau 1 : Composition chimique du Zircaloy-4 selon spécifications ASTM [TRI 05].

Les éléments O et Sn, alphagènes, sont plus solubles dans la phase  $\alpha$  que dans la phase  $\beta$  et élargissent le domaine de stabilité de la phase  $\alpha$ . L'étain présent en solution solide de substitution et l'oxygène, élément interstitiel, augmentent la limite élastique de l'alliage et diminuent sa vitesse de fluage. L'étain améliore aussi la tenue à la corrosion.

Les éléments Fe et Cr, bêtagènes, sont très solubles en phase  $\beta$ , mais quasiment insolubles en phase  $\alpha$ . Ainsi, des précipités intermétalliques de composition  $\text{Zr}(\text{Fe}_{1-x}\text{Cr}_x)_2$  apparaissent lors du refroidissement depuis la phase  $\beta$ . L'ajout de fer et de chrome améliore la tenue à la corrosion. A noter que la taille et la répartition spatiale des précipités influent largement sur cette caractéristique.

### 1.2.2. L'alliage Zr-1Nb.

Parallèlement aux Zircalloys, les alliages Zr-Nb sont aussi utilisés pour des applications nucléaires. Le plus courant, le Zr-2.5 Nb, utilisé comme tube de force dans les réacteurs à eau lourde canadiens (CANDU), présente des caractéristiques mécaniques en service meilleures que les Zircalloys, mais une tenue à la corrosion un peu moins bonne dans les milieux chlorés et oxydants [CHA 05 2].

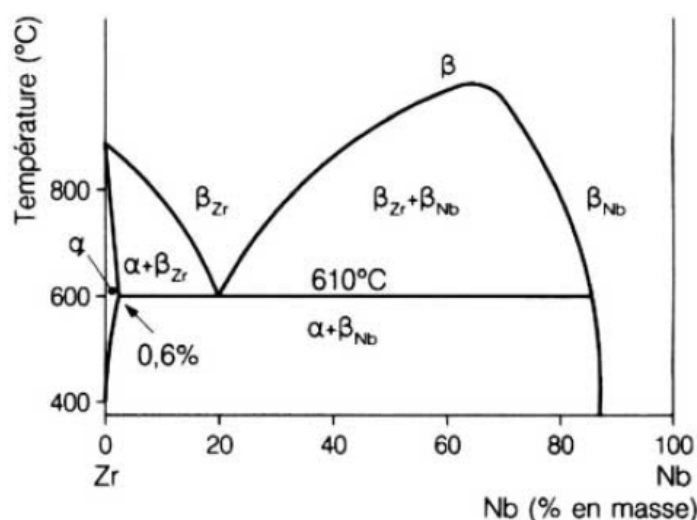


Figure 5 : Diagramme d'équilibre de phases à l'état solide du système binaire Zr-Nb [CHA 05].

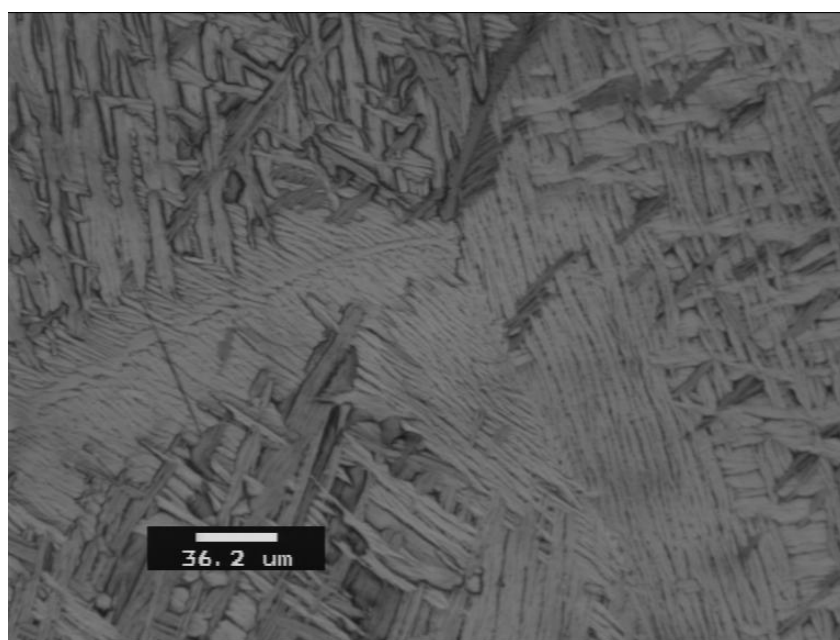
Le niobium est un élément bêtagène qui crée un domaine biphasé dans l'alliage Zr-1 Nb (voir **Figure 5**). La zone d'existence de ce domaine s'étend de la température de l'eutectoïde, en pratique 600°C, jusqu'à plus de 900°C (cette température dépendant fortement des autres éléments présents dans l'alliage tels que l'oxygène [CHA 01]). Le filage se fait ainsi dans le domaine  $\alpha+\beta$  de l'alliage.

Pour l'alliage Zr-1Nb les différentes phases que l'on rencontre sont les suivantes [CHA 01] :

- La phase  $\beta_{Zr}$  de structure cristallographique cubique centrée pouvant contenir jusqu'à 19 % de Nb. De manière générale, lorsque nous parlerons de phase  $\beta$ , il s'agira de  $\beta_{Zr}$ .
- Les phases  $\alpha_{Zr}$  et  $\beta_{Nb}$  (précipités de Nb non soluble dans la phase  $\alpha_{Zr}$ ) respectivement de structure cristallographique hexagonale compacte et cubique centrée sont les phases stables résultant de la transformation monotectoïde de la phase  $\beta_{Zr}$ .
- La phase  $\alpha'$  de structure cristallographique hexagonale compacte, phase sursaturée en éléments Nb résultant de la transformation hors équilibre de la phase  $\beta_{Zr}$  en refroidissement rapide.

### *1.2.3. La structure issue de la trempe depuis le domaine $\beta$*

Dans nos expériences, les deux alliages étudiés présentent soit une microstructure globulaire (voir III.1.1.2) issue de la déformation à chaud et composée de petits grains d'apparence équiaxe, soit une structure lamellaire, dite de Widmanstätten, issue de la trempe depuis le domaine  $\beta$  (voir **Figure 6**).



*Figure 6 : Zircaloy-4 trempé depuis la phase  $\beta$ .*

Cette structure complexe, résultat de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , est largement influencée par la vitesse de refroidissement pour le Zircaloy-4 comme pour le Zr-1Nb. Ainsi, pour des vitesses de refroidissement très élevées, la transformation est de type displacive, avec basculement brutal du réseau et générant une structure martensitique ; lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la transformation évolue continûment vers une transformation de type diffusive, la structure devenant de type bainitique. A noter que la vitesse limite de refroidissement caractérisant la transition entre transformation bainitique et martensitique est

très différente pour le Zircaloy-4 et le Zr-1Nb : en effet, la vitesse limite entre transformation displacive et diffusive est plus faible dans le cas du Zr-1Nb que dans le cas du Zircaloy-4. La structure lamellaire est majoritairement bainitique et se caractérise par deux types de morphologie des lamelles qui peuvent être soit en amas parallèles, soit enchevêtrés (en vannerie, voir **Figure 6**). Une augmentation de la vitesse de refroidissement tend à augmenter la proportion de zones en vannerie ainsi qu'à diminuer l'épaisseur des lamelles. La différence entre ces deux types de morphologie provient des sites de germination préférentiels : les joints de grains dans le cas des amas parallèles et des particules non solubles en phase  $\beta$  dans le cas de la vannerie. Vanderesse montre que pour le Zircaloy-4 la genèse de la microstructure en amas parallèles provient de la germination de lamelles  $\alpha$  sur une phase similaire à la phase  $\alpha_{GB}$  des alliages de titane biphasés [VAN 08].

Les amas parallèles sont caractérisés par une orientation cristallographique commune. Lors de leur formation (voir **Figure 7**), les précipités se retrouvent rejetés aux interfaces des lamelles, ces interfaces étant proches du plan prismatique [CRE 95]. Leur morphologie, résultat de la croissance simultanée de plusieurs colonies dans un même ex-grain de la phase  $\beta$ , peut s'avérer complexe [VAN 08].

La structure de trempe dépend également des éléments d'alliages présents ainsi que de leur concentration. En effet, pour une vitesse de trempe donnée, l'alliage Zr-1Nb présente une microstructure qui tend plus à la vannerie et avec des lamelles plus fines que pour le Zircaloy-4.

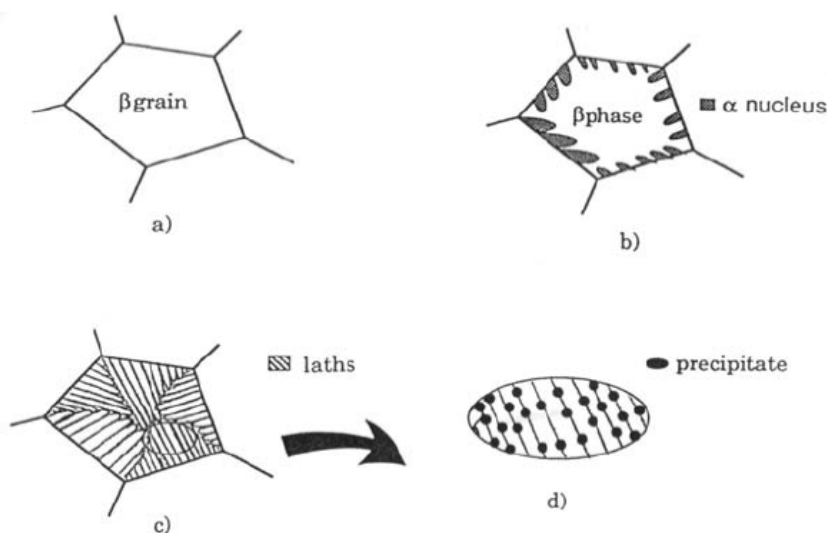


Figure 7 : Schéma simplifié de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  du zircaloy-4 avec germination sur les joints de grains  $\beta$ . (a) avant transformation. (b) transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . (c) microstructure après transformation. (d) Localisation des précipités le long des joints inter-lamelles [CRE 95].

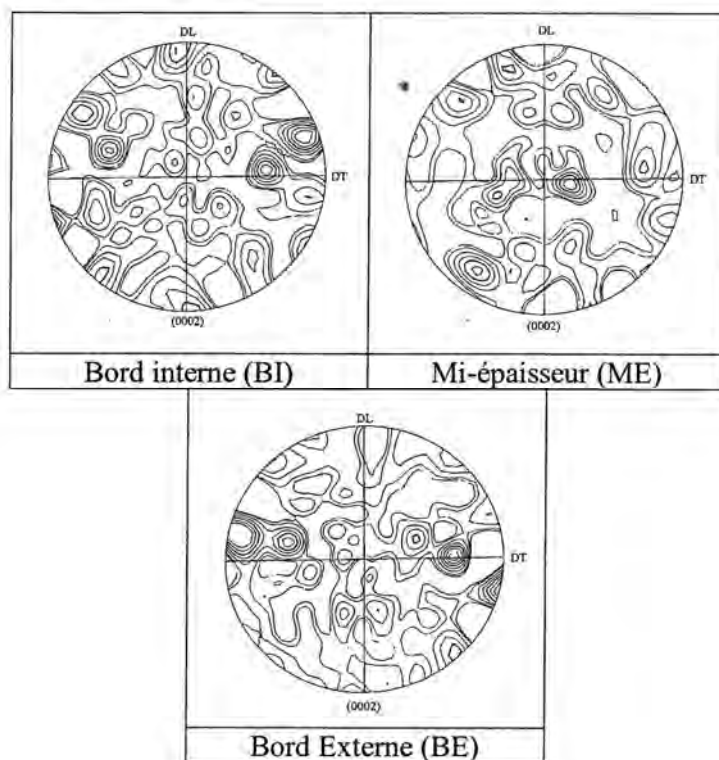


Figure 8 : Figure de pôles (0002) de la texture initiale (avant filage), aux trois niveaux d'épaisseur traditionnels : bord interne (BI), mi-épaisseur (ME) et bord externe (BE) [LOG 99].

Le traitement thermique et la trempe en phase  $\beta$  des billettes avant filage à chaud tend à réduire l'anisotropie héritée du forgeage. Logé [LOG 99] montre sur du Zircaloy-4 que les textures cristallographiques des billettes présentent cependant des maxima importants. Ces maxima sont à relier aux propriétés cristallographiques de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . En effet, il apparaît que pour le zirconium, selon les relations de Burgers, seules 12 orientations  $\alpha$  sont possibles à partir d'une orientation  $\beta$  [CHA 04], [BUR 34]. De plus, Barberis et al. [BAR 05] ont montré que seuls 6 variants sont nécessaires afin de minimiser l'énergie de déformation liée à la transformation.

### I.3. Comportement mécanique en déformation à chaud.

Dans ce paragraphe sont présentés les résultats de base de la littérature sur la déformation à chaud du Zr en phase  $\alpha$  et des alliages de Zr-Nb dans le domaine  $\alpha + \beta$  afin d'introduire la problématique de recristallisation dynamique au cours du filage à chaud des alliages étudiés.

### I.3.1. Mécanismes de déformation.

#### I.3.1.1. Systèmes de glissement.

En comparaison avec les métaux de structure cubique, peu de systèmes de glissement sont disponibles pour les métaux de structure hexagonale compacte (voir **Tableau 2**).

Plans		Directions		Nombre de système
Indices	Appellation	Indices	Appellation	
$(10\bar{1}0)$	Prismatique	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	$\langle a \rangle$	3
$(0001)$	Basal	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	$\langle a \rangle$	3
$(10\bar{1}1)$	Pyramidal 1 <sup>ère</sup> espèce	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	$\langle a \rangle$	6
$(10\bar{1}1)$	Pyramidal 1 <sup>ère</sup> espèce	$\langle 1\bar{2}13 \rangle$	$\langle c+a \rangle$	12
$(11\bar{2}2)$	Pyramidal 2 <sup>ème</sup> espèce	$\langle 1\bar{2}13 \rangle$	$\langle c+a \rangle$	6

Tableau 2 : Systèmes de glissement pour les métaux de structure hexagonale compacte  
[CHA03].

Le glissement prismatique est le mode de glissement principal du zirconium, du fait de son rapport  $c/a$  de 1,59 ( $c/a < 1,63$ , valeur correspondant au rapport de compacité maximale). Akhtar [AKH 73] met en évidence la présence du glissement basal à des températures supérieures à 850 K. Le glissement selon les plans pyramidaux est aussi observé, notamment en présence d'oxygène dissous ou autre élément en interstitiel qui, diminuant l'énergie de défaut d'empilement dans les plans prismatiques, augmente de ce fait la cission critique dans ces plans [POC 92].

#### I.3.1.2. Maclage.

Comme dans la plupart des hexagonaux, le faible nombre de systèmes de glissement favorise le maclage. Du fait de l'activation du glissement basal aux plus hautes températures, le maclage est souvent considéré comme négligeable au-delà de 500°C [CHA 04]. Néanmoins, la littérature fait état de cas de maclage dans le Zircaloy-4 à des températures supérieures à 700°C [VAN 08].

### I.3.2. Contrainte d'écoulement.

La littérature sur la déformation des alliages de zirconium présente le plus souvent des études dans des conditions de type fluage en service des tubes gaines. Même s'il ne s'agit pas du domaine qui nous occupe, certaines conclusions peuvent être utiles pour comprendre les mécanismes lors du filage à chaud. Typiquement, les courbes contrainte-déformation

présentent une montée rapide suivie d'une légère décroissance. Cet adoucissement est classiquement attribué à un effet de topologie microstructural ou à un effet thermique (auto-échauffement).

Dans ces gammes de vitesse (de l'ordre de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), le Zircaloy-4 présente une zone entre 400°C et 600°C où la contrainte d'écoulement n'est plus sensible à la température [DER 80]. Luton et al. [LUT 72] notent aussi une absence de sensibilité à la vitesse de déformation à des températures autour de 625°C. Ce type de comportement s'apparente à du vieillissement dynamique [GRA 06] qui est la conséquence des interactions entre dislocations et atomes étrangers en solution solide : oxygène [MEH 80] et étain [LUT 72].

Il existe aussi des données rhéologiques dans la littérature pour des vitesses de déformation comparables à celles en filage. Chauvy [CHA 04] ainsi que Vanderesse [VAN 08] étudient le cas du Zircaloy-4 déformé jusqu'à  $3 \text{ s}^{-1}$  entre 600°C et 800°C : la sensibilité apparente à la vitesse de déformation ainsi que l'énergie d'activation apparente sont dépendantes des conditions thermomécaniques caractérisées par le paramètre de Zener-Hollomon  $Z = \dot{\epsilon} \exp(\Delta H / RT)$  (voir **Tableau 3**).

Sensibilité à la vitesse m		Energie d'activation apparente ( $\text{kJ.mol}^{-1}$ )	
Forts Z	Faibles Z	Forts Z	Faibles Z
0,062	0,135	357	261

*Tableau 3 : Paramètres rhéologiques en fonction du paramètre de Zener-Hollomon Z [CHA 04].*

### ***1.3.3. Déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ .***

Les propriétés mécaniques des deux phases d'un alliage biphasé étant rarement identiques, la déformation d'un tel alliage est accommodée de manière non homogène, l'une des phases se déformant plus que l'autre. De plus, les sensibilités à la vitesse de déformation et à la température des deux phases pouvant être différentes, cette répartition de la déformation évolue en fonction des conditions thermomécaniques. La littérature sur la déformation des alliages Zr-Nb dans le domaine biphasé est assez rare, voire quasi-inexistante pour les conditions de la mise en forme à chaud. On relève notamment une étude de Kapoor et al. [KAP 05] mettant en évidence le caractère superplastique de l'alliage Zr-2.5Nb dans la plage 650°C-830°C pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $5.10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à  $2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Le phénomène est lié à la localisation de la déformation dans la phase  $\beta$  qui s'est formée au niveau des ex-joints de grain  $\alpha$ , ce qui suggère que la phase  $\beta$  est plus molle que la phase  $\alpha$ .

## I.4. Evolutions microstructurales lors de la déformation à chaud.

Lors du filage à chaud, les évolutions de microstructure du Zircaloy-4 et du Zr-1Nb sont principalement la conséquence de la recristallisation dynamique. Ainsi, le paragraphe suivant propose un état des connaissances de la littérature sur la recristallisation en phase  $\alpha$  et dans le domaine  $\alpha+\beta$  des alliages de zirconium.

### ***I.4.1. Recristallisation dynamique.***

Dans un matériau métallique, on distingue deux modes d'adoucissement liés à l'évolution des structures de dislocations : la restauration et la recristallisation. La restauration se manifeste par un mouvement de dislocation conduisant à des annihilations ou recombinaisons minimisant ainsi l'énergie stockée de manière diffuse. La restauration dynamique (DRV : *dynamic recovery*) se produit le plus souvent à chaud, mais est aussi observable en mise en forme à froid. En effet, ce mécanisme est en grande partie dépendant de la mobilité des dislocations et donc de l'énergie de défaut d'empilement (SFE) : à température donnée, les dislocations sont d'autant plus mobiles que l'énergie de défaut d'empilement, qui conditionne leur dissociation en dislocations imparfaites, est plus élevée. Ainsi, la restauration dynamique est déjà très active à froid sur un matériau à forte SFE comme l'aluminium, mais nécessite davantage d'activation thermique sur des matériaux à faible SFE comme le nickel ou le cuivre.

La recristallisation dynamique peut se produire selon trois mécanismes plus ou moins distincts. La frontière entre ces mécanismes n'est pas toujours très claire : on peut passer continûment d'un mécanisme dominant à un autre mécanisme dominant) [MON 05, HUM 04] :

➤ Recristallisation dynamique discontinue (DDRX).

La recristallisation dynamique discontinue est observée au cours de la déformation à chaud des métaux présentant une faible énergie de défaut d'empilement, comme le Fe $\gamma$ . Les dislocations étant peu mobiles, la restauration est peu active. L'énergie stockée par écrouissage est ainsi réduite durant la déformation par germination et croissance de nouveaux grains à faible densité de dislocations. La germination a souvent lieu préférentiellement au niveau des joints de grains formant ainsi une structure typique en collier. La force motrice du mouvement des joints de grains est la différence de densités de dislocations de part et d'autre du joint et, dans une moindre mesure, sa courbure.

➤ Recristallisation dynamique continue (CDRX).

Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, les dislocations sont faiblement dissociées, ce qui facilite leur réarrangement. La densité de dislocations diminue



par restauration dynamique et les dislocations peuvent plus facilement s'organiser en parois qui progressivement deviennent des sous-joints : l'accumulation des dislocations aux sous-joints augmente progressivement la désorientation cristallographique de part et d'autre des sous-joints et de nouveaux grains se forment finalement à l'intérieur des grains initiaux, lorsque les désorientations ont atteint une valeur critique, généralement estimée entre 10 et 15° [GOU 03].

➤ Recristallisation dynamique géométrique (GDRX).

Ce troisième mécanisme de recristallisation dynamique consiste en une fragmentation des grains allongés par de grandes déformations. Des variations de forme par instabilité se forment aux joints de grains lors de la restauration dynamique et à mesure que la déformation allonge les grains, des pincements se produisent et séparent les grains en plusieurs grains [BAR 04].

Logé [LOG 99] et Chauvy [CHA04] attribuent la fragmentation de la structure lamellaire à un mécanisme de type recristallisation dynamique continue pour des températures comprises entre 650 et 750°C et des vitesses de déformation allant jusqu'à 1 s<sup>-1</sup>. Ils mettent aussi en évidence une forte tendance à la croissance ou recristallisation métadynamique (MDRX) des structures lamellaires partiellement recristallisées dynamiquement. Logé montre notamment que cette croissance semble limitée par les liserés de précipités localisés aux ex-joints de lamelles. Barrabes et al. [BAR 04] attribuent cette globularisation de la structure à un mécanisme de recristallisation dynamique géométrique uniquement dans la plage de température 400-800°C pour une vitesse de déformation de 5.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Plus récemment Chauvy et al. [CHA 06] indiquent que les deux mécanismes (GDRX et CDRX) sont en compétition dans la fragmentation des structures lamellaires de Zircaloy-4 en phase  $\alpha$ , la recristallisation géométrique étant favorisée par les températures élevées et une faible vitesse de déformation.

Monteiro et al. [MON 93] réalisent une étude sur les alliages Zr-Nb trempés depuis le domaine  $\alpha+\beta$  (de 0.25 % à 1.5 % de Nb). Les essais consistent en une déformation à froid, puis un traitement thermique dans la plage 300-1050°C. Ils montrent que les **cinétiques** de recristallisation sont **d'autant plus lentes que la proportion de niobium est importante**. Ils pensent que la recristallisation s'effectue par germination/croissance en phase  $\beta$  et par polygonisation en phase  $\alpha$ .

Dans une étude sur un alliage Zr-2.5Nb, Holm et al. [HOL 77] mettent en évidence la possibilité de croissance de grains  $\alpha$  lors de grandes déformations dans le domaine  $\alpha+\beta$  à des vitesses de l'ordre de 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> alors que **la précipitation de la phase  $\beta$  aux joints de grains  $\alpha$  bloque la croissance** thermiquement activée. Ils attribuent ce phénomène à la coalescence des précipités de  $\beta_{Zr}$  pendant le mouvement des joints de grains lors de la déformation (voir **Figure 9 & Figure 10**).

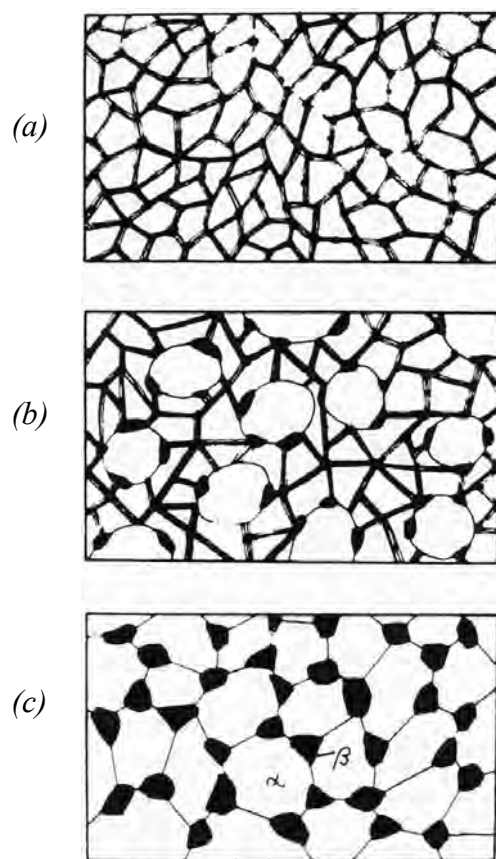


Figure 9 : Interaction entre la précipitation de la phase  $\beta_{Zr}$  et la recristallisation en trois étapes successives (a) topologie de formation de la phase  $\beta_{Zr}$ , (b) coalescence de la phase  $\beta_{Zr}$  pendant le mouvement des joints de grains et (c) microstructure obtenue après déformation [HOL 77].

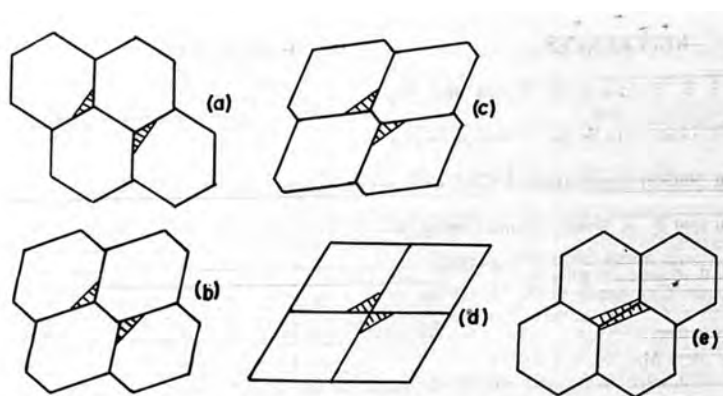


Figure 10 : Coalescence de précipités de  $\beta_{Zr}$  durant la déformation d'un polycrystal [HOL 77].

### I.4.2. Evolution de texture.

Le critère de Tenckhoff établit que, lors d'une déformation à chaud, les axes  $c$  (pôles (0002)) tendent à être ramenés dans la direction de compression dominante [TEN 88]. Ainsi, les textures formées en filage à chaud dépendent de la géométrie de l'outillage, en particulier du rapport  $R_w/R_d$  (voir **Figure 11**).

Type of deformation	Element	Strain ellipse in the plane perpendicular to the direction of deformation	Deformation texture (0002) pole figure	{10 $\bar{1}$ 0} pole figure
Tube reducing $\frac{R_w}{R_d} > 1$				
$\frac{R_w}{R_d} = 1$				
$\frac{R_w}{R_d} < 1$				

Figure 11 : Formation de textures au filage [TEN 88].

Un recuit sur des tubes filés montre que la recristallisation métadynamique n'a que peu de conséquence sur l'orientation des pôles (0002), mais entraîne une rotation de l'ordre de 30 deg des pôles (10 $\bar{1}$ 0) autour de l'axe  $c$  [LOG 99] (voir **Figure 12**).

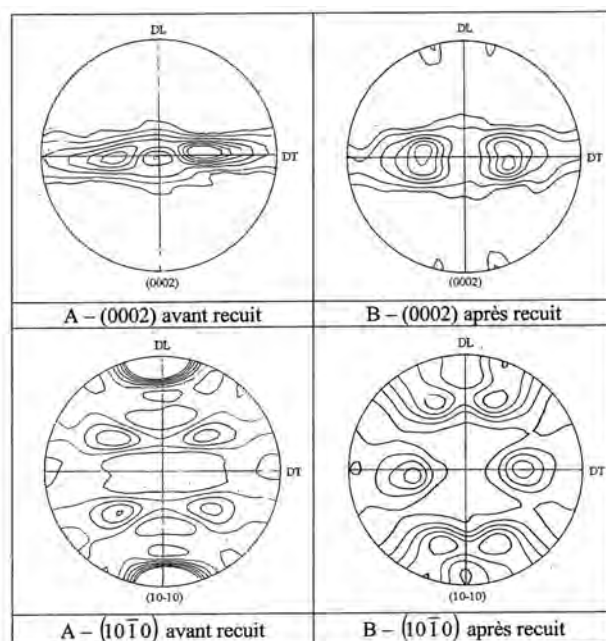


Figure 12 : Effet d'un recuit à 750°C sur la texture de filage [LOG 99].

## ***1.5. La modélisation de la recristallisation dynamique.***

Ce paragraphe présente différentes approches de la modélisation de la recristallisation dynamique. Il s'agit d'une sélection de quelques articles qui est loin d'être exhaustive. Néanmoins, a priori, ces articles sont représentatifs des types d'approches utilisées dans la littérature.

### ***1.5.1. Détermination des fractions recristallisées par une approche type Avrami.***

Une des manières les plus simples pour quantifier l'effet de la recristallisation dynamique est d'exprimer la fraction volumique recristallisée. Dans le cas de la recristallisation dynamique discontinue, il s'agit simplement de la fraction volumique occupée par les nouveaux grains ayant germé, puis grandi. Pour prédire ces fractions recristallisées, on utilise couramment le modèle d'Avrami [AVR39, AVR40] ou JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov) : c'est une simple relation comportant assez peu de paramètres en apparence. Toutefois, le nombre de paramètres peut devenir important si l'on utilise des relations phénoménologiques complémentaires pour déterminer le temps caractéristique à mi-recristallisation  $t_{0,5}$ , la taille des grains, etc., l'effet d'une variation de la température, de la vitesse de déformation et de la déformation. Cette simplicité en fait son principal attrait pour décrire une grande variété de transformations basées sur des mécanismes de germination-croissance. Il faut noter que si cette approche s'applique bien au cas de la recristallisation statique, elle est moins valable pour la recristallisation dynamique, puisqu'il s'agit de phénomènes dissipatifs. Le principal apport d'Avrami n'est pas la découverte de cette relation (elle avait été établie de manière empirique précédemment), mais la démonstration, à partir d'hypothèses physiques et en utilisant un formalisme mathématique rigoureux, que cette loi est valable pour décrire des transformations de phase de type germination/croissance sous certaines conditions.

#### **1.5.1.1. La théorie d'Avrami [AVR39, AVR 40].**

A la fin des années trente, Avrami propose un modèle décrivant la cinétique de changement de phase. Il prend pour hypothèse que l'ancienne phase est peuplée d'un grand nombre de germes de la nouvelle phase aléatoirement distribués. Ces germes, une fois activés, croissent jusqu'à devenir stables remplaçant ainsi l'ancienne phase par la nouvelle. Son raisonnement mathématique est le suivant.

Soit  $N_0$ , le nombre de germes par unité de volume au début du processus de changement de phase et  $N(t)$ , leur nombre par unité de volume au temps  $t$ . Soit  $N'(t)$ , le

nombre de grains de nouvelle phase par unité de volume au temps  $t$ . La probabilité  $n$  pour qu'un germe soit activé, par unité de temps, est donnée par :

$$n = n(T) = Ke^{\frac{Q+A(T)}{RT}} \quad (\text{Équation 1})$$

où  $Q$  est l'énergie d'activation molaire,  $T$  la température,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $A(T)$  l'énergie molaire nécessaire à la formation d'un germe à la température  $T$ . Ainsi, la variation du nombre de germes activés au cours de l'incrément de temps  $dt$  est :

$$dN' = nNdt \quad (\text{Équation 2})$$

Soit  $N''(t)$ , le nombre de germes absorbés par des grains en croissance par unité de volume au temps  $t$ . Si  $dX$  est la variation de la fraction volumique de nouvelle phase, on peut exprimer le nombre de germes absorbés au cours du temps  $dt$  :

$$dN'' = N_0 dX \quad (\text{Équation 3})$$

Ainsi, la variation du nombre de germes restant au temps  $t$  vaut :

$$\frac{dN}{dt} = -\frac{dN'}{dt} - \frac{dN''}{dt} = -nN - N_0 \frac{dX}{dt} \quad (\text{Équation 4})$$

Considérons le cas où  $n$  est suffisamment grande pour que presque tous les germes soient activés avant qu'ils aient pu être absorbés ( $N'' \ll N'$ ). Si  $n$  est constante, l'équation 4 permet de dégager une expression de  $N(t)$  :

$$N(t) = N_0 e^{-nt} \quad (\text{Équation 5})$$

La notion de fraction volumique étendue utilisée par Avrami considère une fraction volumique transformée comme si les grains, lors de leur croissance, n'étaient pas amenés à se rencontrer (**Figure 13**). Ainsi, les zones de recouvrement des grains sont comptabilisées plusieurs fois dans le calcul de la fraction volumique.

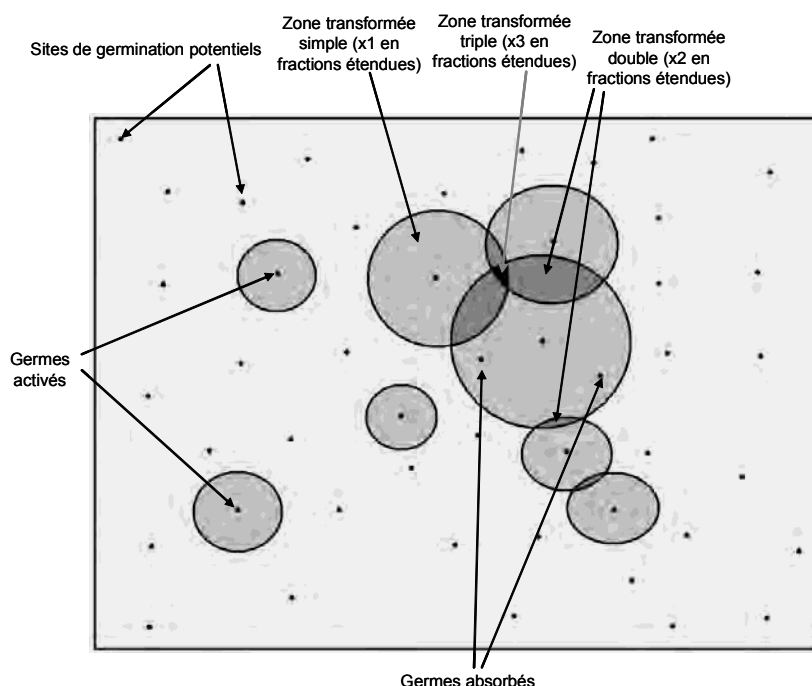


Figure 13 : Fractions étendues.

Pour la suite, on introduit les variables suivantes :

- $\tau$  tel que  $d\tau = n dt$ , nouvelle variable de temps servant à simplifier l'équation 5.
- $y$  : temps où le germe est effectivement activé (variable associée à un grain).
- $z$  tel que  $dz = n dy$  : équivalent à  $y$  en base  $\tau$ .

Ainsi, l'équation 5 devient :

$$N(z) = N_0 e^{-z} \quad (\text{Équation 6})$$

Le volume, à l'instant  $t$ , d'un grain dont le germe a été activé à l'instant  $y$  vaut :

$$v_{ex}(\tau, z) = \sigma \alpha^3 (\tau - z)^3 \quad (\text{Équation 7})$$

où  $\sigma$  est un facteur de forme valant  $4\pi/3$  pour des grains sphériques et  $\alpha = G/n$ ,  $G$  étant la vitesse moyenne de croissance du rayon du grain.  $\alpha$  est considérée comme étant une constante, ce qui revient à considérer  $G$  et  $n$  comme constants. En supposant que l'activation des grains est homogène dans le temps, la fraction volumique totale transformée s'obtient par :

$$X_{ex}(\tau) = \int_0^\tau v_{ex}(\tau, z) \frac{dN'}{dz}(z) dz = \int_0^\tau v_{ex}(\tau, z) N(z) dz \quad (\text{Équation 8})$$

Ainsi, en assemblant les équations 6, 7 et 8 et en intégrant, on peut expliciter la fraction volumique transformée étendue :

$$X_{ex}(\tau) = \frac{6\sigma G^3 N_0}{n^3} \left( e^{-\tau} - 1 + \tau - \frac{\tau^2}{2!} + \frac{\tau^3}{3!} \right) \quad (\text{Équation 9}).$$

Entre un instant  $t$  et  $t+dt$ , la variation de la fraction volumique transformée s'écrit  $dX = (1-X)dX_{ex}$ . Ainsi, par intégration on peut exprimer :

$$X = 1 - e^{-X_{ex}} \quad (\text{Équation 10})$$

A partir des équations 9 et 10, Avrami propose ainsi une relation simplifiée :

$$X = 1 - e^{-\sigma G^3 N_0 t^3} \quad (\text{Équation 11})$$

Dans tous les cas, Avrami montre qu'on obtient pareillement une relation de la forme :

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (\text{Équation 12 : Relation d'Avrami})$$

où  $B$  est une constante et  $k$  l'exposant dit d'Avrami. Il montre que cet exposant peut prendre différentes valeurs suivant le rapport entre les temps caractéristiques d'activation et de croissance (voir **Tableau 4**).

	Croissance linéique des grains	Croissance planaire des grains	Croissance tridimensionnelle des grains
$n \ll GN_0^{1/3}$	2	3	4
$n \gg GN_0^{1/3}$ (conditions de sites saturés)	1	2	3

Tableau 4 : Valeur de l'exposant d'Avrami pour différentes conditions de croissance et de germination.

Cette relation s'avère relativement adaptée dans beaucoup de cas, simple à mettre en œuvre et à paramétrer. Cependant, en conditions de température ou de vitesse de déformation variable, la relation n'est plus rigoureusement valable, car il faudrait considérer  $G$  et  $n$  comme des fonctions de la température et de la vitesse de déformation, ce qui rend impossible un calcul analytique. Néanmoins, Haudin et Chenot [HAU 04] montrent qu'il est possible d'établir le modèle d'Avrami sous forme d'un système d'équations différentielles afin de le résoudre numériquement et ainsi prendre en compte des conditions thermiques non-constantes durant la transformation.

L'application de la relation d'Avrami pour la modélisation de la recristallisation statique est assez directe. La fraction recristallisée s'écrit comme une fonction du temps :

$$X = 1 - \exp\left[-\ln(2)\left(t/t_{0,5}\right)^k\right] \quad (\text{Équation 13})$$

où l'exposant  $k$  est une constante et  $t_{0,5}$  est le temps à 50 % de recristallisation paramétré en fonction de la vitesse de déformation et de la température. Elwazri et al. [ELW 04] proposent une utilisation de ce type de formulation pour la modélisation de la recristallisation métadynamique d'une manière plus phénoménologique. La loi de dépendance de  $t_{0,5}$  aux conditions thermomécaniques (vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  et température de traitement thermique  $T$ ) est :

$$t_{0,5} = A\dot{\epsilon}^p \exp\left(\frac{Q_{app}}{RT}\right) \quad (\text{Équation 14})$$

où  $A$  et  $p$  sont des constantes et  $Q_{app}$  une énergie d'activation apparente.

#### 1.5.1.2. Application à la recristallisation dynamique discontinue.

L'utilisation de la relation d'Avrami pour modéliser la recristallisation dynamique discontinue est plutôt courante [MIN 96, MED 96], car relativement simple et rapide par rapport à d'autres méthodes. Néanmoins, il est à noter que la recristallisation dynamique ne

s'apparente pas tout à fait à un changement de phase mais plutôt à l'évolution d'une structure dissipative. Ainsi, l'utilisation d'une telle relation est a priori plus discutable.

Les modélisations rencontrées considèrent un changement de phase piloté par la déformation plastique. Cette transposition est une conséquence directe de l'équation d'Avrami si la vitesse de déformation peut être considérée comme constante. Ainsi, Minami et al. [MIN 96] utilisent la relation suivante pour la modélisation de la recristallisation dynamique d'une tôle d'acier au niobium en prenant  $k=2$  :

$$X = 1 - \exp \left[ - \ln(2) \left( \frac{(\varepsilon - \varepsilon_c)}{\varepsilon_{0,5}} \right)^2 \right] \quad (\text{Équation 15}).$$

On a  $X=0,5$  pour  $\varepsilon=\varepsilon_{0,5}$  :  $\varepsilon_{0,5}$  est donc la déformation subie depuis la déformation critique  $\varepsilon_c$ , où démarre la recristallisation, qui correspond à 50 % de recristallisation. A noter que Jonas et al. [JON 03] montrent que  $\varepsilon_c$  peut être déterminé facilement à partir de la dérivée seconde de la courbe contrainte-déformation.

Medina et al. [MED 96] choisissent d'adimensionner  $\varepsilon$  par  $\varepsilon_p$ , la déformation au pic de contrainte d'écoulement qui est déterminable plus directement. Cela nécessite par contre un paramètre  $a$  de calage supplémentaire, puisque  $\varepsilon_c$  ne correspond pas exactement à  $\varepsilon_p$ .

Ils proposent une équation générale de la forme :

$$X = 1 - \exp \left[ - \frac{\ln(2)}{\varepsilon_{0,5}} (\varepsilon / \varepsilon_p - a)^k \right] \quad (\text{Équation 16})$$

où l'exposant  $k$  est une constante.

### ***I.5.2. Prédiction de la courbe contrainte-déformation et approches microstructurales en recristallisation dynamique discontinue.***

Les modèles présentés dans ce paragraphe utilisent tout ou partie de la théorie d'Avrami, ou bien supposent des mécanismes de germination/croissance ; ils modélisent la recristallisation dynamique discontinue même si bien souvent, ils sont présentés comme modélisant la recristallisation dynamique de manière générale.

#### **I.5.2.1. Première approche : les travaux de Luton et Sellars [LUT 69].**

Luton et Sellars [LUT 69] proposent une utilisation de la relation d'Avrami pour la prédiction de la contrainte d'écoulement. Le principe consiste à utiliser les fractions volumiques recristallisées obtenues pour paramétrer une loi de mélange. La contrainte d'écoulement se décompose ainsi en un terme qui correspond à la fraction non recristallisée et une somme de termes correspondant aux fractions recristallisées à chaque fois qu'un nouveau pas de déformation critique  $\varepsilon_c$  est atteint :



$$\sigma = \sum_i X_i \sigma_i + \left(1 - \sum_i X_i\right) \sigma_e \quad (\text{Équation 17})$$

où  $\sigma_e$  est l'extrapolation de la contrainte d'écoulement des parties non recristallisées,  $X_i$  est la fraction recristallisée initiée au cycle débutant à  $\varepsilon = \varepsilon_c$  et  $\sigma_i$ , la contrainte d'écoulement de la fraction recristallisée  $i$ . Au moment où le  $i^{\text{ème}}$  incrément  $\varepsilon_c$  est atteint, la contrainte  $\sigma_i$  est initialisée à la valeur de la contrainte d'écoulement d'un matériau 100 % recristallisé, puis elle suit l'évolution de  $\sigma_e$  soit une évolution normale due à l'écrouissage. Les résultats obtenus sont en bon accord avec les résultats d'essais de torsion sur du nickel et un alliage nickel-fer.

Le modèle reste globalement empirique, mais permet une modélisation des courbes contrainte - déformation en régime oscillant (faible vitesse) ou à simple pic (forte vitesse). La transition entre ces deux régimes est caractérisée par le rapport entre la déformation nécessaire à une recristallisation (presque) complète  $\varepsilon_x$  après avoir été activée à  $\varepsilon = \varepsilon_c$ , et la déformation critique  $\varepsilon_c$ . Si le rapport est petit, le régime est oscillant (voir **Figure 14** à gauche), s'il est grand la contrainte a un maximum unique (voir **Figure 14** à droite).

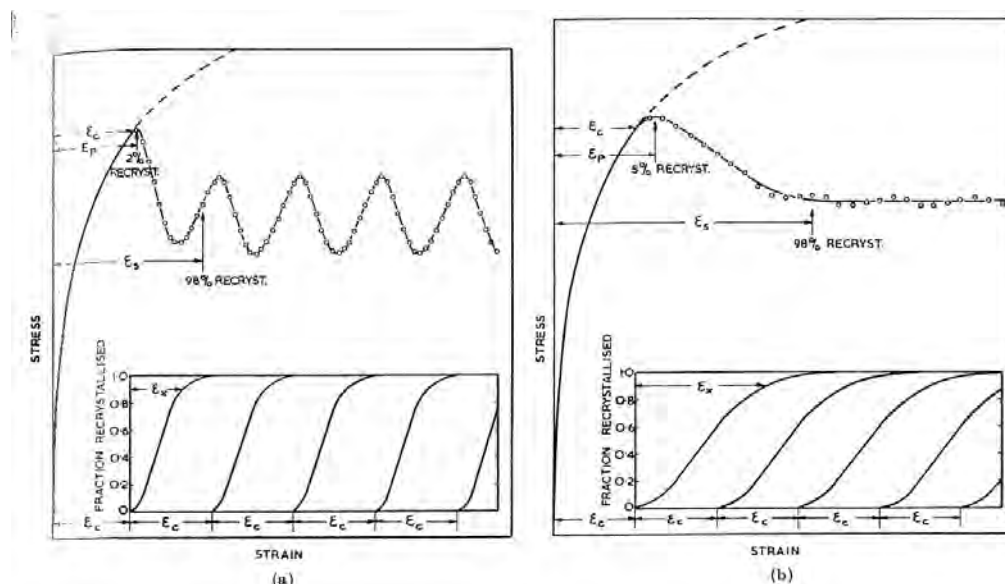


Figure 14 : Courbes contrainte - déformation calculées en recristallisation (a)  $\varepsilon_c < \varepsilon_x$  et (b)  $\varepsilon_c > \varepsilon_x$  [LUT 69].

#### 1.5.2.2. Modèle de Laasraoui et Jonas [LAA 91].

Laasraoui et Jonas [LAA 91] construisent un modèle de prédiction de la courbe contrainte - déformation reprenant de manière simplifiée la relation de Luton et Sellars [LUT 69]. Leur modèle permet une prédiction assez précise de la courbe d'écoulement, mais uniquement pour des sollicitations à hautes températures et fortes vitesses de déformation où les oscillations peuvent être négligées. Le principal intérêt de leur approche est la prise en compte de paramètres microstructuraux pour la caractérisation de la contrainte due à l'écrouissage, avec prise en compte de la restauration.

Ainsi, ils proposent une interprétation, en terme d'évolution de densité de dislocations, d'une relation empirique entre  $\Theta$ , le taux d'écrouissage défini par  $\Theta = \partial\sigma/\partial\varepsilon$  et  $\sigma$ , la contrainte d'écoulement :

$$\Theta = \frac{A}{\sigma} - B\sigma \quad (\text{Équation 18})$$

où A et B sont des constantes.

De là ils déduisent la relation :

$$\frac{\partial\rho}{\partial\varepsilon} = U - \Omega\rho \quad (\text{Équation 19})$$

où U est le terme correspondant à l'énergie stockée par écrouissage (considéré comme indépendant de la déformation - ainsi, sans restauration,  $\rho$  serait proportionnel à  $\varepsilon$ ), et  $-\Omega\rho$ , le terme correspondant aux effets de la restauration. L'intégration de l'équation 19 donne :

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega\varepsilon} + \frac{U}{\Omega}(1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (\text{Équation 20})$$

où  $\rho_0$  est la densité initiale de dislocations.

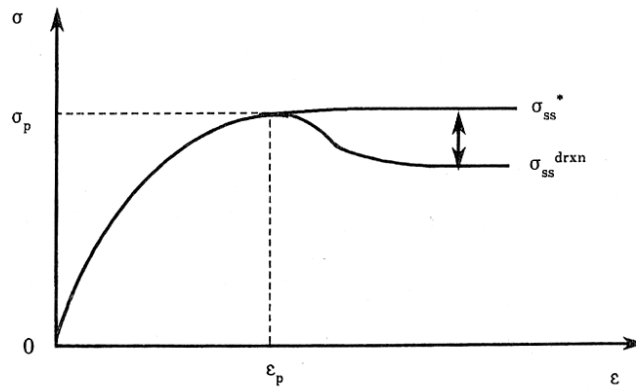


Figure 15 : Courbes contrainte - déformation avec et sans recristallisation : définition de la contrainte hypothétique de saturation  $\sigma_{ss}^*$  [LAA 91].

Or la contrainte d'écoulement peut être directement reliée à la densité de dislocations [SAN 75], à partir de la relation classique :

$$\sigma = \alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (\text{Équation 21})$$

où  $\alpha$  est une constante,  $\mu$ , le module de cisaillement élastique et  $b$ , le vecteur de Burgers.

Dans le cas où seul l'écrouissage et la restauration sont pris en compte, cette contrainte peut être exprimée directement à partir de l'équation 20, en multipliant les termes par  $(\alpha\mu b)^2$  et en définissant  $\sigma_0 = \alpha\mu b\sqrt{\rho_0}$  (contrainte à l'état initial) :

$$\sigma^{drec} = \sqrt{\sigma_0^2 e^{-\Omega\varepsilon} + (\alpha\mu b)^2 \frac{U}{\Omega}(1 - e^{-\Omega\varepsilon})} \quad (\text{Équation 22})$$

Se basant sur des données expérimentales,  $\Omega$  apparaît comme fortement dépendant de la température et de la vitesse de déformation alors que  $U$  semble constant. A noter que  $U$  n'est pas forcément une constante : par exemple, dans les travaux de Gourdet et al. [GOU 03], le même type de formulation est utilisée où  $U$  comme  $\Omega$  dépendent de la vitesse de déformation ainsi que de la température.

La prise en compte de l'adoucissement généré par la recristallisation dynamique se fait par la relation 23, qui est une simplification de la relation de Luton et Sellars [LUT 69] utilisant la relation d'Avrami), lorsque la déformation est supérieure à  $\varepsilon_p$ , déformation au pic de contrainte (se référer également à la **Figure 15**).

$$\sigma = \sigma^{drec} - \left[ \sigma_{ss}^* - \sigma_{ss}^{drxn} \right] \cdot \left[ 1 - e^{-K \left( \frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon_{0.5} - \varepsilon_p} \right)^{n_d}} \right] \quad (\text{Équation 23})$$

où  $\sigma_{ss}^*$  est la contrainte en régime dynamique stable lorsque la restauration est la seule cause d'adoucissement (issue de l'équation 21 et valant  $\alpha \mu b \sqrt{U/\Omega}$ ) et  $\sigma_{ss}^{drxn}$  la contrainte en régime dynamique stable prenant en compte la recristallisation (**Figure 15**). Cette dernière est obtenue par une relation empirique de la forme  $\sigma_{ss}^{drxn} = A \sinh^{-1} \left( (Z/B)^p \right)$  où A, B et p sont des constantes et Z le paramètre de Zener-Hollomon (défini au paragraphe I.3.2).

Ce modèle est intéressant par sa précision (**Figure 16**) mais couvre un domaine extrêmement limité de conditions (fortes vitesses de déformation), puisqu'il est développé au départ pour une application au laminage.

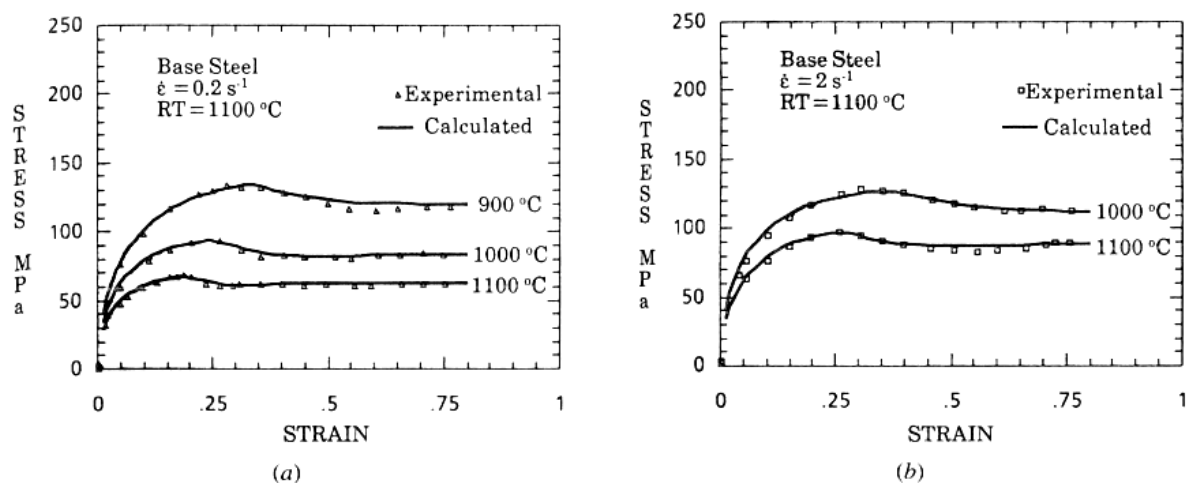


Figure 16: Comparaison des courbes contrainte - déformation prédites et expérimentales pour un acier déformé à deux vitesses de déformation et diverses températures [LAA 91].

### I.5.3. Modélisation de la recristallisation dynamique continue.

Gourdet et Montheillet proposent un modèle physique décrivant explicitement les mécanismes de recristallisation dynamique continue [GOU 03]. La microstructure est

schématisée comme un agrégat de cristallites délimitées partiellement par des joints et des sous-joints. La microstructure est décrite par  $\rho_i$ , la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains, le diamètre moyen des cristallites  $D$  et  $\varphi(\theta)$ , la fonction de distribution des désorientations cristallographiques d'angle  $\theta$  des frontières entre cristallites (**Figure 17**).

L'évolution de la densité de dislocations à l'intérieur des cristallites prend une forme modifiée de l'équation 19 de Laasraoui et Jonas [LAA 91] :

$$d\rho_i = (h - r\rho_i)d\varepsilon - \rho_i dV \quad (\text{Équation 24})$$

où  $h$  caractérise l'écrouissage contribuant à une augmentation de la densité de dislocations,  $r$  caractérise la restauration et  $dV$  est la fraction du volume balayé par les joints durant le temps de l'incrément de déformation  $d\varepsilon$ .

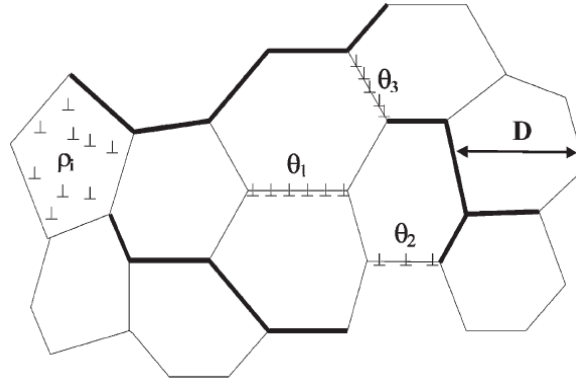


Figure 17 : Représentation schématique de la microstructure de recristallisation dynamique continue (trait fin : sous-joint, trait fort : joint) [GOU 03].

On définit ainsi (**Figure 18**)  $d\rho_i^+ = h d\varepsilon$  correspondant à l'écrouissage,  $d\rho_i^-(1) = r\rho_i d\varepsilon$  la diminution de densité de dislocations due à la restauration, une proportion  $\alpha$  permettant la création de nouveaux sous-joints et une proportion  $(1-\alpha)$  étant absorbée par les sous-joints et les joints existants et contribuant à l'augmentation des désorientations cristallographiques des sous-joints. Cette absorption se répartit entre les joints et les sous-joints proportionnellement à  $f_{LAB}$  et  $f_{HAB}$ , respectivement les fractions surfacique de sous-joints et de joints avec

$$f_{LAB} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta) d\theta \quad \text{où } \theta_0 = 1 \text{ deg et } \theta_c = 15 \text{ deg et } f_{LAB} + f_{HAB} = 1. \text{ On définit aussi } d\rho_i^-(2) = \rho_i dV$$

correspondant aux dislocations annihilées par le mouvement des joints (seules frontières mobiles, les sous-joints étant considérés statiques, car leur mobilité est beaucoup plus faible).

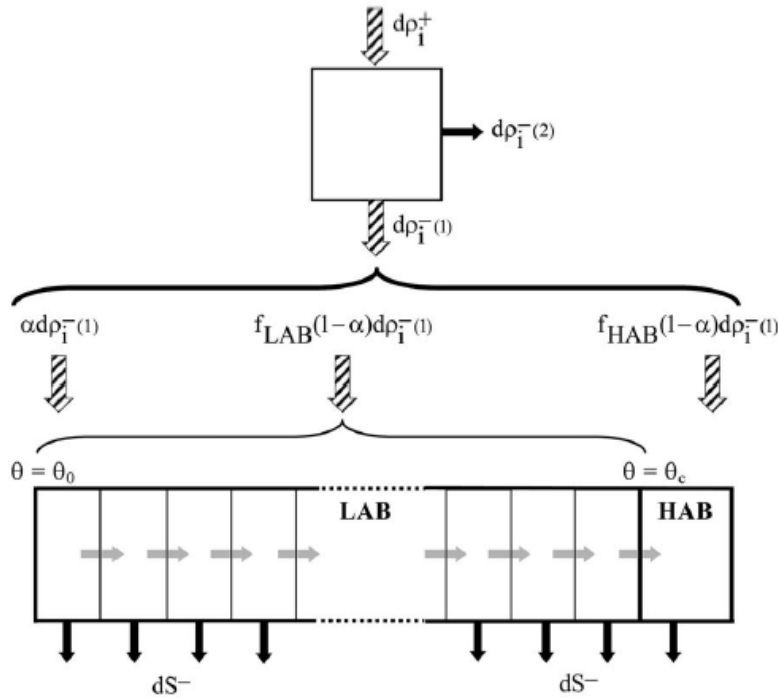


Figure 18 : Diagramme illustrant la façon dont les dislocations créées par écrouissage agissent sur la microstructure.

Le modèle prend en compte un dernier mécanisme qui est l'annihilation de frontières par le mouvement des joints,  $dS^-$ ,  $S$  étant la surface de frontières par unité de volume:  $S=2/D$  où  $D$  est la taille moyenne des cristallites. La **Figure 18** précédente récapitule les mécanismes induits par l'écrouissage.

Les auteurs explicitent les relations suivantes permettant de calculer l'évolution de différents paramètres microstructuraux. L'évolution de la surface de frontières par unité de volume est  $dS=dS^+-dS^-$  où  $dS^+$  est la surface volumique de nouveaux sous-joints et  $dS^-$ , la surface volumique de frontières annihilées par le mouvement des joints de grains. Ainsi, si  $\alpha\rho_i d\varepsilon$  dislocations contribuent à la création de nouveaux sous-joints, on peut déterminer par analyse géométrique d'un sous-joint que :

$$dS^+ = \frac{b}{n\theta_0} \alpha\rho_i d\varepsilon \quad (\text{Équation 25})$$

où  $b$  est le vecteur de Burgers et  $n$  nombre de familles de dislocations dans le sous-joint.

L'incrément de fraction volumique  $dV$  balayé par les joints de grains pendant un incrément  $dt$  est égal au produit de la densité des joints de grains  $f_{HAB}S$  et de la distance parcourue par ces joints  $v_{HAB} \frac{d\varepsilon}{\varepsilon}$  où  $v_{HAB}$  est la vitesse de migration des joints supposée de la forme :

$$v_{HAB} = v_0 \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{m'} \quad (\text{Équation 26})$$

où  $v_0$  et  $m'$  sont des constantes et  $\dot{\varepsilon}_0$  une vitesse de déformation de référence. Ainsi, comme  $dS^- = SdV$  on a :

$$dS^- = f_{HAB} S^2 v_{HAB} \frac{d\varepsilon}{\varepsilon} \quad (\text{Équation 27})$$

De la même façon que l'équation 25 a été établie, on peut calculer l'augmentation des désorientations cristallographiques des sous-joints  $d\theta$  induites par le mouvement des dislocations :

$$d\theta = \frac{b}{2n} (1 - \alpha) r \rho_i D d\varepsilon \quad (\text{Équation 28})$$

De nouveaux sous-joints sont créés avec un angle de désorientation cristallographique  $\theta_0$  et contribuent à l'évolution de la fonction de distribution  $\varphi$  selon l'équation  $\varphi(\theta_0, \varepsilon) d\theta = dS^+ / S$ . Ainsi, avec les équations 25 et 28, on peut montrer que  $\varphi(\theta_0, \varepsilon)$  s'exprime pour tout  $\varepsilon$  :

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1 - \alpha)\theta_0} \quad (\text{Équation 29})$$

Les sous-joints ayant un angle de désorientation cristallographique compris entre  $\theta$  et  $\theta + d\theta$  correspondent à la surface volumique  $\delta S(\theta, \varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon) S(\varepsilon) d\theta$ . Leur évolution durant un incrément de déformation  $d\varepsilon$  (décrite en **Figure 19**) conduit à une augmentation d'angle de désorientation cristallographique  $d\theta$  selon l'équation 28. Ensuite, la surface  $dS(\theta, \varepsilon) dV$  est annihilée par le mouvement des joints de grains. Ainsi, leur nouvelle fraction surfacique  $\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) \delta\theta$  est égale à  $dS(\theta, \varepsilon)(1 - dV)/S(\varepsilon + d\varepsilon)$  ce qui peut s'écrire aussi  $\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon)(1 - dV)S(\varepsilon)/(S(\varepsilon + d\varepsilon))$ . Un développement en  $d\varepsilon$  au premier ordre permet d'obtenir l'évolution de la fonction de distribution  $\varphi$  :

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \left[ 1 + \left( \frac{1}{D} \right) \left( \frac{dD}{d\varepsilon} \right) d\varepsilon - dV \right] \varphi(\theta, \varepsilon) \quad (\text{Équation 30})$$

La contrainte d'écoulement est établie ensuite comme une fonction de la racine carrée de la densité de dislocations. Les auteurs utilisent la relation  $\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho_i}$  déjà discutée précédemment (équation 21) modifiée afin de prendre en compte la densité homogène de dislocations  $\rho_i$  et la densité de dislocations constituant les sous-joints  $\rho_{LAB}$  représentant l'impact de la sous-structure sur la contrainte d'écoulement :

$$\sigma_0 = \mu b \left( A_1 \sqrt{\rho_i} + A_2 \sqrt{\rho_{LAB}} \right) \quad (\text{Équation 31})$$

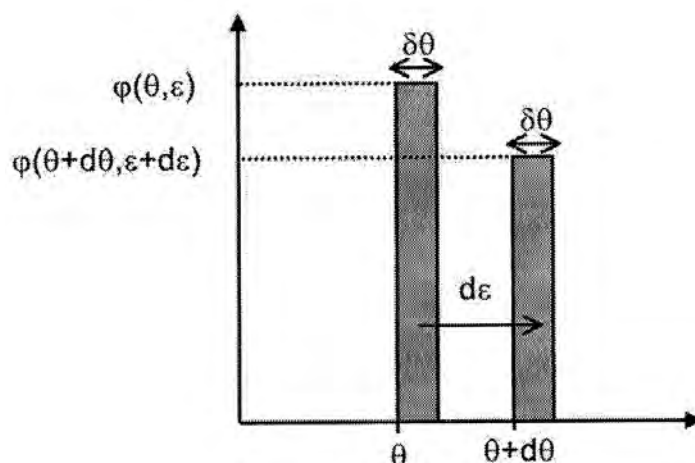


Figure 19 : Evolution des sous-joints pendant un incrément de déformation  $d\varepsilon$ .

Globalement, ce modèle est en bon accord avec l'expérience en ce qui concerne la prédiction du raffinement de taille de grain. Cependant, les courbes contrainte - déformation calculées présentent un adoucissement limité quel que soit le mode de calcul de la contrainte d'écoulement (**Figure 20**) alors que les contraintes expérimentales continuent de décroître. Les forts adoucissements observés expérimentalement pourraient provenir de la topologie des microstructures et/ou d'un échauffement local.

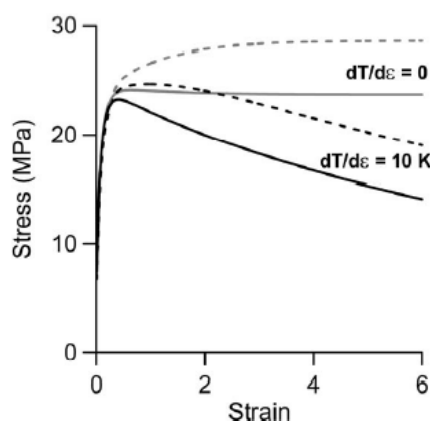


Figure 20 : Courbes contraintes déformation calculées, impact de l'auto échauffement, traits

$$\text{fins } \sigma_0 = \alpha\mu b\sqrt{\rho_i}, \text{ traits forts } \sigma_0 = \mu b(A_1\sqrt{\rho_i} + A_2\sqrt{\rho_{LAB}}).$$

Ce modèle, développé pour la modélisation de la recristallisation dans l'aluminium pur, fournit une bonne estimation de la taille des grains en régime établi. Néanmoins, il apparaît que la prise en compte de la migration des joints de grain au cours de la déformation est nécessaire pour aboutir à ces résultats.

Les travaux de Gourdet et Montheillet [**GOU 03**] sont les seuls, dans la littérature, à proposer une modélisation non phénoménologique de la recristallisation dynamique continue. Ce mécanisme étant le principal responsable de la fragmentation de la microstructure des alliages de Zr dans le haut domaine  $\alpha$  [**CHA 04**], c'est ce modèle qui sera utilisé au chapitre IV.

## I.6. La lubrification par film solide en mise en forme.

Les conditions de contact étant très sévères en mise en forme à chaud, on utilise un lubrifiant solide pour limiter le frottement et l'usure des outils. On essaie donc d'obtenir un régime de lubrification par film continu dont on va rappeler les principes avant de décrire les modalités de mise en œuvre pratiques en mise en forme à chaud et comment on représente simplement le frottement résultant.

### **I.6.1. Principe de la lubrification par film continu.**

Si on interpose un troisième corps visqueux (fluide) entre deux solides en mouvement relatif, au-delà d'une certaine vitesse, le frottement devient très faible. La lubrification est alors réalisée par un film continu empêchant tout contact entre les deux solides, la seule force s'opposant au mouvement relatif provenant du cisaillement du film lubrifiant, on parle alors de lubrification hydrodynamique. Ce film de lubrifiant se forme par entraînement du fluide par les parois, ce qui nécessite son adhésion aux parois des antagonistes. Dans le cas du tréfilage ou du laminage d'un métal lubrifié par un fluide Newtonien, on peut calculer l'épaisseur  $h_0$  du film entraîné dans l'emprise [FEL 08] (voir **Figure 21**) :

$$h_0 = h_i \left( 1 - \frac{h_0}{h_i} \right)^2 \text{ avec } h_M = \frac{3\eta(V_1 + V_2)\gamma \cot \alpha}{1 - \exp(-\gamma\sigma_0)} \quad (\text{Équation 32})$$

où  $h_i$  est l'épaisseur initiale du film,  $V_1$  et  $V_2$  les vitesses initiales du métal et de l'outil (nulle en tréfilage),  $\sigma_0$  la contrainte d'écoulement du métal,  $\alpha$  l'angle d'attaque en laminage, le demi-angle de la filière en tréfilage,  $\eta$  la viscosité du fluide étant définie par :

$$\eta = \eta_0 \exp(\gamma.p - \delta.\Delta\theta) \quad (\text{Équation 33})$$

où  $p$  est la pression,  $\gamma$  le coefficient de piézoviscosité du fluide,  $\delta$  le coefficient de thermoviscosité et  $\theta$  la température [FEL 08].

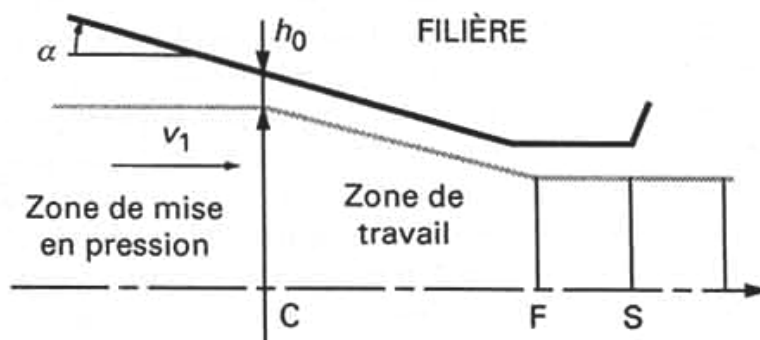


Figure 21 : Lubrification hydrodynamique du tréfilage [FEL 08].



Il apparaît ainsi clairement que l'épaisseur du film augmente avec le produit de la vitesse par la viscosité du fluide ; à noter que cette augmentation peut être fortement limitée aux fortes vitesses de cisaillement par l'auto-échauffement du lubrifiant.

Le filage à chaud de métaux durs tels que les alliages de titane et de zirconium se fait généralement après le dépôt à froid sur la billette d'un film lubrifiant solide constitué de poudre de verres métalliques, de liants organiques ou minéraux et selon les cas de solides lamellaires (graphite,  $\text{MoS}_2$ ...). Le film assure une protection mécanique, chimique et thermique du métal [FEL08]. L'équation 32, avec  $V_2=0$ , peut décrire en première approximation l'épaisseur du film lubrifiant pour une filière de filage d'angle  $\alpha$  à partir du film, d'épaisseur  $h_i$ , déposé sur la billette,  $\eta$  étant alors la viscosité du lubrifiant à la pression de filage, ordre de grandeur de la pression entre la billette et le conteneur. Il importe toutefois d'identifier la loi de comportement effective de tels films solides, qui ne sont pas forcément newtoniens, dans les conditions du filage à chaud.

Le procédé Ugine-Séjournet [SEJ 54] utilise le verre comme lubrifiant pour le filage à chaud de tube (voir **Figure 22**). Le principe consiste à placer un bloc (gargousse) de poudre de verre tassée entre le métal et la filière plate, le comportement visqueux du verre à haute température permettant de réaliser la lubrification. Le mécanisme de formation du film lubrifiant la filière est alors très différent : la conduction thermique du métal dans le verre abaisse sa viscosité sur une certaine profondeur, ce qui permet au métal s'écoulant le long de la gargousse d'entraîner du verre qui forme un film lubrifiant la portée de la filière. Les surfaces latérales de la billette sont lubrifiées par un film d'un autre type de verre déposé par roulement de la billette sur un lit de poudre de verre.

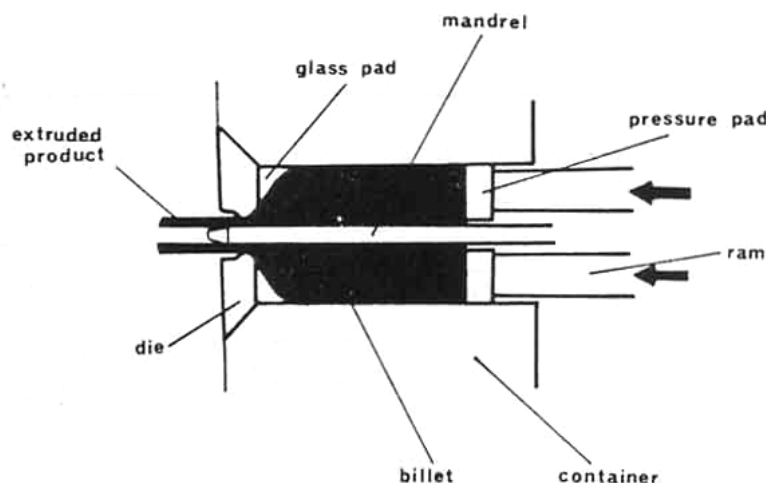


Figure 22 : Principe du procédé de filage à chaud lubrifié au verre [BAQ 75].

### 1.6.2. Lois de frottement [FEL 08].

La simulation numérique décrit rarement le frottement à l'interface entre deux corps solides à partir de modèles de comportement des éléments constitutifs de l'interface (rugosité,

films lubrifiants...) du fait de la complexité des phénomènes sous-jacents et du manque de données. On caractérise donc globalement le frottement à l'aide de « lois » approchées.

#### I.6.2.1. Lois de Coulomb et de Tresca.

Les lois de Tresca et de Coulomb sont analogues aux lois simples de plasticité. Le glissement interfacial n'existe que si la cisssion  $\tau$  atteint une valeur critique  $\tau_G$ . On considère alors que la contrainte de cisaillement  $\tau$  a la même direction que la vitesse de glissement relatif  $\Delta V$  (hypothèse d'interface isotrope), mais un sens opposé. Les lois de Tresca et Coulomb expriment  $\tau_G$  de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \text{Loi de Coulomb } \tau_G &= \min\left(\mu p, \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}\right) \\ \text{Loi de Tresca } \tau_G &= \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \end{aligned} \quad (\text{Équation 34})$$

où  $p$  est la pression de contact,  $\sigma_0$  la contrainte d'écoulement du métal et  $\mu$  et  $\bar{m}$  sont respectivement les coefficients de Coulomb et de Tresca. Pour un contact lubrifié, le formalisme de Tresca correspondrait à une cisssion constante d'un film interfacial. La loi de frottement de Coulomb, quant à elle, correspondrait plus à un régime mixte de lubrification où la surface où les antagonistes sont en contact (plateaux) est une fonction croissante de la pression de contact.

#### I.6.2.2. Loi viscoplastique.

Une formulation de type Norton-Hoff permet de représenter la cisssion comme une fonction de la vitesse de glissement :

$$\tau = \beta (\Delta V)^p \quad (\text{Équation 35})$$

où  $\beta$  est une constante et  $p$  le coefficient de sensibilité à la vitesse. Ce type de formulation permet de représenter la cisssion d'un film d'épaisseur uniforme viscoplastique d'indice  $p$ .

## Chapitre II : Les dispositifs expérimentaux.

Dans ce chapitre sont présentées les différentes méthodes expérimentales qui ont été utilisées afin de caractériser et quantifier les évolutions microstructurales des alliages étudiés en filage à chaud en vue de la modélisation et le comportement du lubrifiant principal durant l'opération (film solide). Tout d'abord une présentation du banc de mini-filage, outil principal pour la réalisation de nos travaux, est faite, ainsi que le détail de ses applications. Ensuite, une présentation des moyens de déformation par torsion et de traitement thermique est faite, les techniques de dépouillement sont aussi détaillées. Par la suite, les méthodes de préparations, d'observations et de quantification des microstructures sont décrites, de plus, une estimation de l'incertitude sur ces résultats est proposée. Enfin, l'ensemble des moyens d'étude du lubrifiant principal est décrite.

## II.1. Le banc de mini-filage.

### II.1.1. Principe.

Afin de réaliser les études métallurgiques et tribologiques en filage à chaud, nous disposons d'un banc d'essai dit de « mini filage ». Ce dispositif a été réalisé au CEMEF en collaboration avec Cezus dans le cadre d'un stage, puis d'un mastère par Minvielle et Le Floc'h [MIN 04 1 & MIN 04 2]. Cet appareillage est une reproduction à l'échelle 1/10<sup>e</sup> du procédé industriel installé chez CEZUS (voir **Figure 23**). Il nous offre ainsi la possibilité de réaliser, dans des conditions de laboratoire, des filages sur les alliages de zirconium dans différentes conditions de lubrification, de vitesse de filage ou de température. Outre le fait de simuler les conditions industrielles de filage, cet outil permet d'imposer à des échantillons des sollicitations thermomécaniques plus sévères qu'en torsion, ce dernier essai menant rapidement à des phénomènes de localisation de la déformation sur les alliages de Zr dans la gamme de température et de vitesse de déformation correspondant aux conditions de filage.

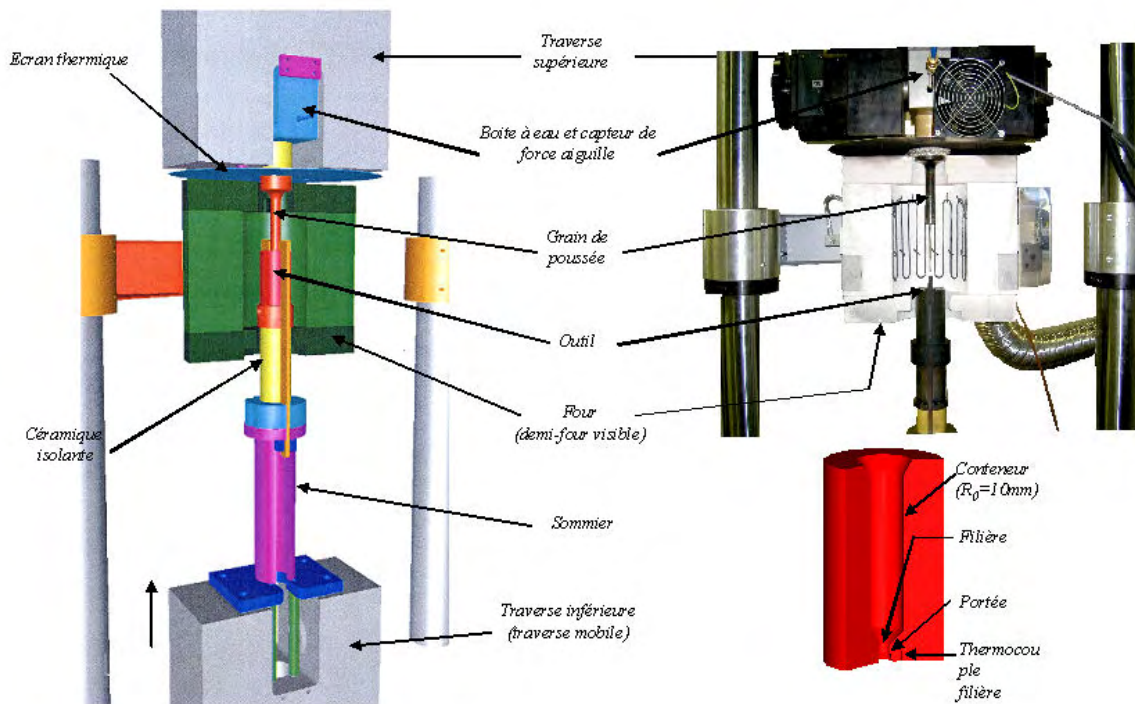


Figure 23 : Vue CAO (à gauche), photo (en haut à droite) du montage de mini filage et vue en coupe de l'outil monobloc (en bas à droite).

Comme nous pouvons le voir sur la **Figure 23**, l'ensemble monobloc conteneur/filière est fixé à un sommier lui-même fixé à la traverse mobile de la presse. C'est donc, contrairement à ce qui se passe sur une presse industrielle, l'ensemble outil + sommier qui se déplace à l'intérieur du four ; le grain de poussée restant fixe. Les produits filés (barres ou tubes) traversent donc la céramique isolante, puis le sommier pour venir se déposer sur la traverse inférieure de la presse en fin du filage. L'outil de filage monobloc comporte un

conduit cylindrique (rayon  $R_0$ ) où est déposé le lopin en début de filage et un convergent (filière) au travers duquel la matière s'écoule. Pour résister à la pression de filage à haute température (jusqu'à  $750^\circ\text{C}$ ), cet outil est réalisé en superalliage base nickel (Udimet 720).

Deux types d'outil ont été réalisés avec deux diamètres de portée  $R_p$  différents : l'un permettant de filer des barres pleines avec un rapport de filage  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$  (identique au rapport de filage de la presse industrielle) et l'autre permettant de filer des tubes avec le même rapport de filage (dans ce cas une aiguille est utilisée) ou des barres pleines avec un rapport de filage  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}/1,3$ . La déformation subie par la matière est fixée par le rapport de filage  $\lambda = (R_0^2 - R_A^2)/(R_p^2 - R_A^2)$  pour le filage sur aiguille et  $\lambda = R_0^2/R_p^2$  pour le filage de barres.

NB : pour des raisons de confidentialité seront considérés dans tout le manuscrit un rapport de filage de référence  $\lambda_{\text{ref}}$  et une vitesse de filage de référence  $v_{\text{ref}}$ .

### ***II.1.2. Mise en œuvre.***

Afin d'assurer la meilleure reproductibilité possible lors des essais, mais aussi pour se rapprocher le plus possible des conditions industrielles, un protocole de préparation des lopins et de filage a été mis en place par Minvielle [MIN 04 1, MIN 04 2], puis amélioré par Genet [GEN 05 1, GEN 05 2].

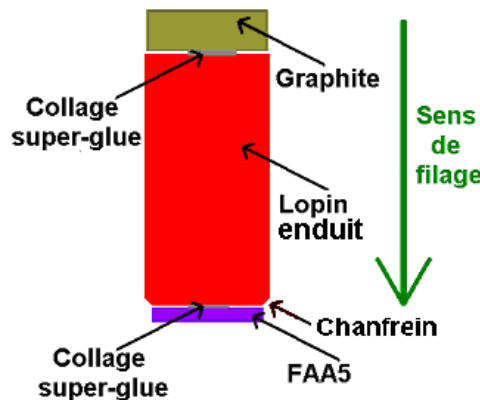
#### ***II.1.2.1. Préparation du lopin.***

Les lopins pour mini filage sont des cylindres creux (filage de tubes) ou pleins (filage de barres) d'environ 35 à 40 mm de longueur et de 19 à 20 mm de diamètre. On réalise un chanfrein externe sur la face avant du lopin qui vient, durant l'opération, épouser la forme de la filière (voir **Figure 24**). Le lopin est ensuite grenailé afin d'améliorer l'adhérence du lubrifiant avant et pendant l'opération.

Ce lubrifiant, est un mélange de graphite, bisulfure de molybdène, poudre de verre, liants, anti-oxydants, gélifiants et dispersants. Le mélange est mis en suspension dans de l'eau et à une température voisine de  $40$  à  $50^\circ\text{C}$ . Il est déposé par enduction verticale en une passe afin d'obtenir une épaisseur de lubrifiant comprise entre  $100$  et  $150\ \mu\text{m}$ . Les lopins sont ensuite séchés à l'étuve à  $50^\circ\text{C}$  pendant 12 heures. Néanmoins, il apparaît que le procédé d'enduction verticale génère un gradient d'épaisseur déposée le long du lopin. En effet, même si sur 80 % de sa longueur l'épaisseur est relativement constante, on retrouve des épaisseurs plutôt proches de  $50$  à  $80\ \mu\text{m}$  du côté chanfreiné et de  $150$  à  $200\ \mu\text{m}$  à l'autre bout. Cela vient du fait que le lubrifiant coule le long du lopin durant la phase de séchage après enduction, opération réalisée elle aussi verticalement avec la partie chanfreinée en haut.

A l'arrière du lopin est fixé un culot en graphite permettant l'éjection de la barre (ou du tube) en fin de filage (voir **Figure 24**). Dans l'opération industrielle, la filière est lubrifiée aussi par un pain de graisse juste avant le filage. Dans le cas du mini filage, l'accès à la filière est délicat, aussi, l'introduction de la graisse est faite par l'intermédiaire du lopin sur lequel il

est collé avant sa mise en place dans le conteneur. Dans notre cas, il est collé à l'arrière du lopin avant introduction de celui-ci (voir **Figure 24**).



**Figure 24 : Lopin après préparation.**

#### II.1.2.2. Filage du lopin.

La principale spécificité du banc de mini filage est qu'il s'agit d'une opération isotherme : l'assemblage lopin+graphite+graisse est inséré dans un outillage qui est déjà en température. Avant son introduction, il est trempé dans un lubrifiant à base d'huile graphitée afin de reproduire la lubrification par pulvérisation du conteneur par ce même produit dans l'opération industrielle. Une fois le lopin introduit, celui-ci s'échauffe pendant 20 minutes, puis le filage est effectué automatiquement.

#### II.1.2.3. Extraction d'ébauche en cours de filage.

Le but de cette extraction du lopin après un arrêt en cours de filage est d'observer, à l'intérieur du cône de filage, l'évolution microstructurale durant la déformation. Le système utilise une broche (voir **Figure 25**). Cette broche, réalisée en superalliage base nickel, possède une extrémité en forme de téton cylindrique qui, du fait des fortes pressions qui règnent dans le conteneur lors du filage, se sertit dans le lopin par déformation plastique de celui-ci. La liaison réalisée entre la broche et le lopin est suffisante pour supporter sans se rompre les forces de frottements, seuls efforts exercés sur le système poussoir+broche+métal lors de l'extraction.

Enfin un système de liaison par goupille de la broche avec le poussoir permet un démontage rapide après extraction afin de retirer le plus vite possible le lopin de l'ambiance chaude du four et des outils encore chauds. Néanmoins, en pratique, l'intervalle de temps entre l'arrêt du filage et le démontage de l'ensemble lopin+broche n'est pas négligeable :

- Il faut environ une minute pour sortir l'ensemble poussoir+broche+métal de l'outil, ouvrir le four et enlever la goupille.
- Il faut ensuite entre 20 secondes et 2 minutes pour sortir la goupille et écarter le lopin du four. La variabilité provient du fait que le dispositif d'extraction

peut se déformer pendant le filage et qu'ainsi certains ajustements entre pièces peuvent devenir très serrés et difficiles à démonter.

- Après le démontage, la température du lopin tombe en quelques secondes en dessous de 600°C et on peut supposer qu'à ce stade les évolutions métallurgiques sont figées.

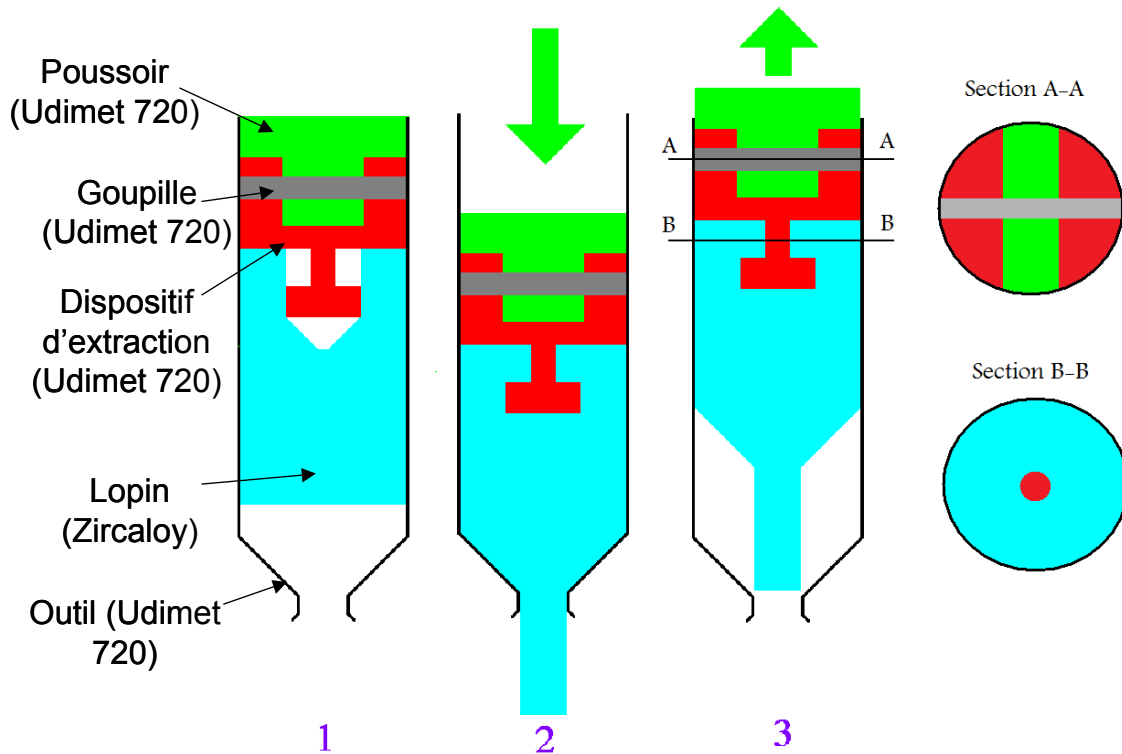


Figure 25 : Schéma de principe de l'extraction d'ébauche en cours de filage : (1) chauffe, (2) filage, (3) extraction.

#### II.1.2.4. Mini-filage de billettes composites.

Dans le procédé de mini-filage, le gradient de déplacement axial le long du rayon du produit filé est sensible au frottement entre le lopin et l'outil. Ainsi, un système de visualisation de ce différentiel de déplacement axial a été testé afin d'obtenir une variable sensible au frottement (voir **Figure 26**). Il s'agit en fait de réaliser un mini-filage sur un lopin scié aux 2/3 de sa longueur afin d'y réaliser le dépôt d'un film de lubrifiant solide d'une épaisseur de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ . Après filage, ce film prend une forme pseudo parabolique. La forme de ce film est ensuite mesurée en faisant des découpes successives le long de la barre filée et en observant les anneaux formés par le film.

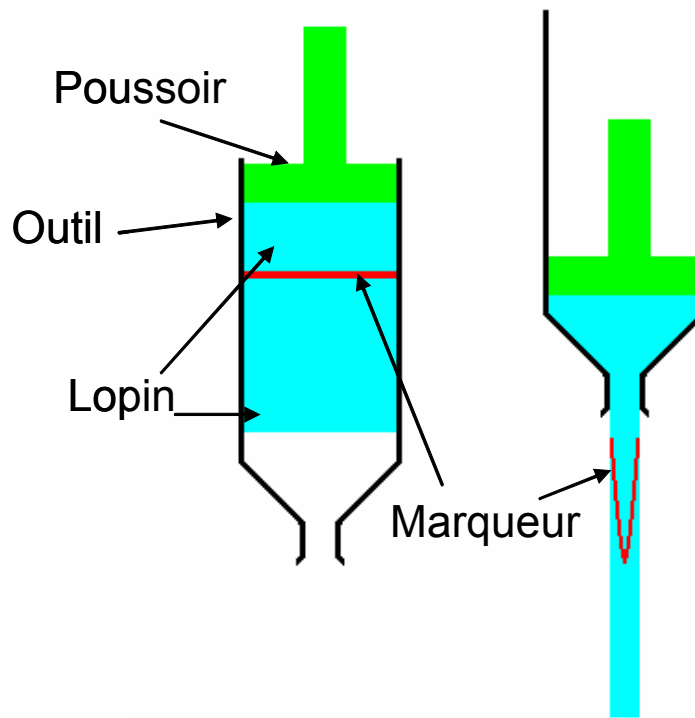


Figure 26 : Marqueur de déformation sur une billette composite.

### II.1.3. Instrumentation.

#### II.1.3.1. Les mesures effectuées lors d'un mini-filage.

Le **Tableau 5** et la **Figure 27** suivant décrivent l'instrumentation du banc de filage :

Donnée mesurée	Moyen de mesure	Informations obtenues
Force de filage.	Capteur de force 30 tf (300 kN) de la presse.	Courbe force/déplacement.
Température initiale de la billette.	Thermocouple en contact avec la billette avant essai et retiré avant le début du filage.	- Température initiale du métal.
Température initiale du grain de poussée.	Thermocouple en contact avec le grain de poussée avant essai et retiré avant introduction du lopin.	- Température initiale du grain de poussée.
Température de la filière	Thermocouple dans l'outil.	- Température de la filière.
		- Gradient thermique initial (à partir des mesures précédentes)

Tableau 5 : Mesures réalisables sur le banc d'essai [MIN 04 2].



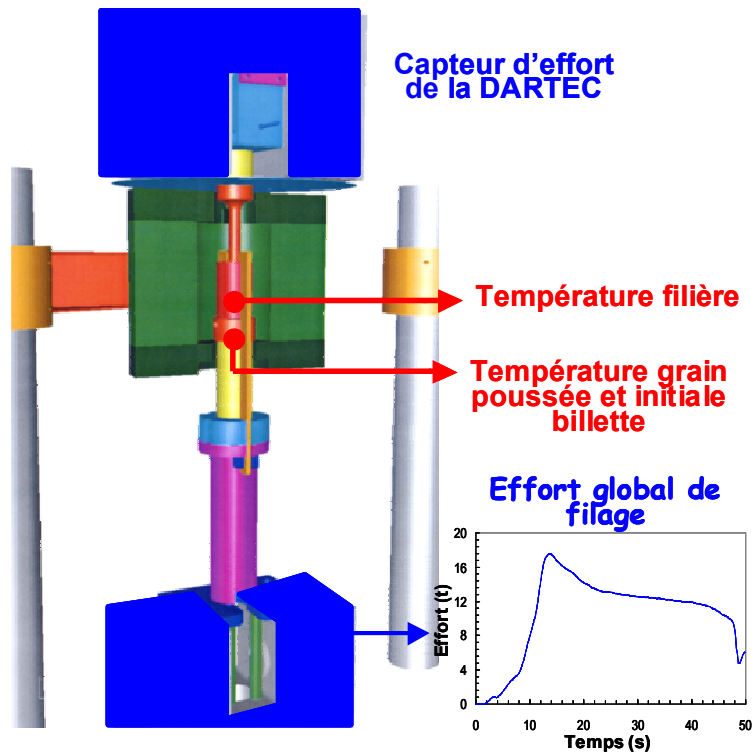


Figure 27 : Instrumentation du banc d'essai.

### II.1.3.2. Thermique du mini-filage.

#### II.1.3.2.1. *Estimation de la température effective de mini-filage.*

A l'aide des simulations numériques (voir IV.1), une borne supérieure de la différence entre la température de la barre filée au moment de son passage au niveau de la portée et la température mesurée par le thermocouple dans la filière peut être estimée. Ce gradient de température dépend nécessairement du flux de chaleur extrait par l'outil, donc des conditions de filage, en particulier la vitesse de filage et le rapport de filage. Cependant, dans le pire des cas, cette différence de température est inférieure à 5°C. Ainsi, afin de simplifier l'analyse des essais et compte tenu des incertitudes liées à la mesure par thermocouple (estimée à  $\pm 5^\circ\text{C}$  pour cette mesure), la température effective de filage sera considérée comme égale à la température mesurée en filière. A noter que cette température n'est pas constante durant le filage, on fera donc correspondre une température de filage à une longueur de barre filée dans les analyses du chapitre 3.

NB : pour un essai donné, si aucune précision n'est donnée, la température de filage précisée correspond à la température maximale mesurée par le thermocouple en filière durant l'essai.

### II.1.3.2.2. Gradient thermique lors du chauffage avant mini-filage.

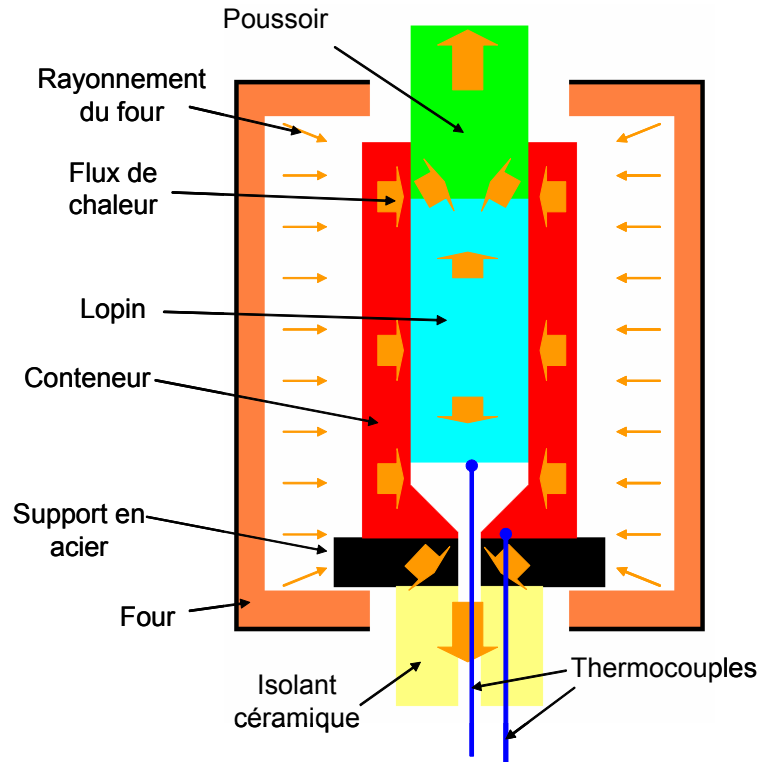


Figure 28 : Flux de chaleur à l'origine des gradients thermiques en fin de chauffage du lopin (régime permanent atteint).

Les mesures de température dans le conteneur au contact du poussoir ou du lopin effectuées avant filage en utilisant un thermocouple gainé montrent une différence importante pouvant dans certain cas atteindre 30°C. Le point le plus froid se trouve systématiquement au niveau de la filière ce qui montre que le bas de l'outil subit une influence sensible des pièces plus froides qui se trouvent en dessous (**Figure 28**). Ainsi, la brusque montée en température que l'on observe en filière en tout début de filage est non seulement due à l'énergie dissipée lors de la déformation du lopin, mais aussi au fait qu'il existe un gradient de température dans le lopin.

### II.1.3.2.3. Mesure de température au refroidissement après mini-filage.

Afin de connaître précisément l'évolution de température du produit après sa sortie de la filière, des mesures de températures ont été effectuées. Le principe consiste à débiter un mini-filage, le stopper en cours afin de pouvoir démonter l'ensemble outil+lopin (bloqué dans l'outil), puis de poser un thermocouple dans la barre filée, juste après la portée, et de reprendre un filage après avoir remonté et réchauffé l'ensemble. L'évolution de température ainsi enregistrée est une bonne approximation du refroidissement réel en mini-filage. Trois essais ont été réalisés sur du Zircaloy-4 : autour d'une condition standard de mini-filage (750°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ ), la température, puis la vitesse ont été changées (voir **Figure 29**).

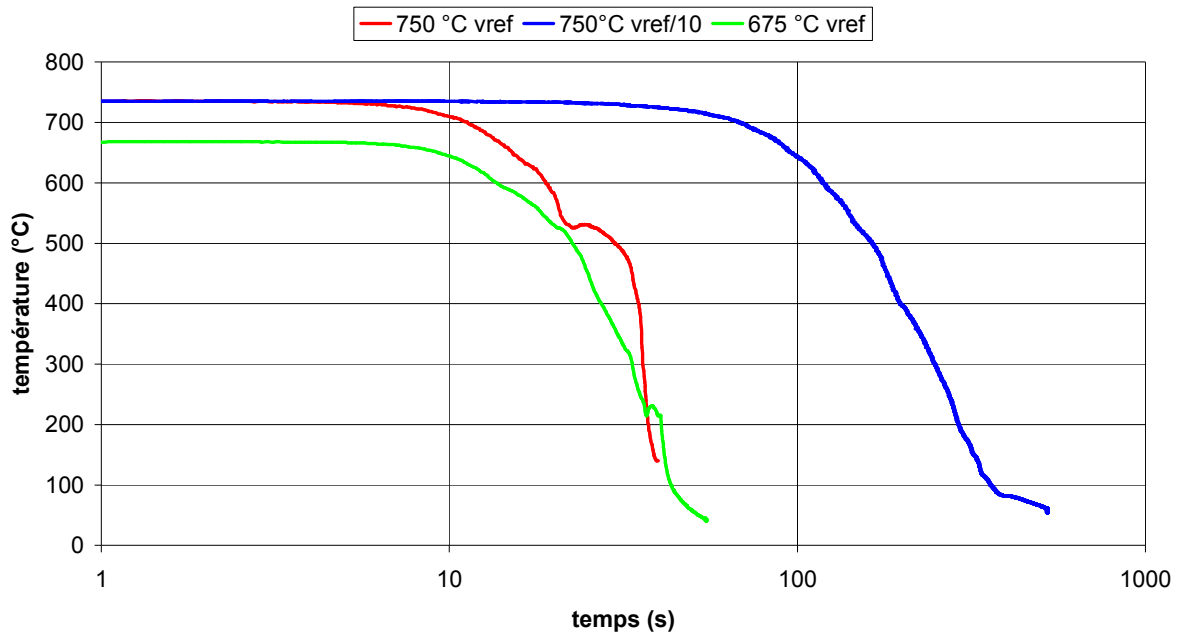


Figure 29 : Mesures de température en sortie de filière (mini-filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$ ).

Il apparaît ainsi qu'un changement de température de mini-filage ne change pas le profil de la courbe de refroidissement au dessus de 600°C (zone où des évolutions métallurgiques peuvent se produire). Ainsi, l'obtention d'une courbe de refroidissement (jusqu'à 600°C) à une température donnée peut se faire par translation d'une autre courbe à la même vitesse de filage. L'effet de la vitesse de filage est très important. Il semble donc que ce soit l'environnement autour de la barre qui contrôle principalement son refroidissement (passage dans les atmosphères confinées de l'isolant en céramique, du sommier, etc.). Dans ces conditions il est probable que la vitesse de refroidissement obtenue lors d'un mini-filage à  $\lambda = \lambda_{ref}/1,3$  soit la même.

### II.1.3.3. Force de mini-filage.

#### II.1.3.3.1. Evolution de la force durant un mini-filage.

Durant le filage, on distingue 4 différents régimes caractérisés par l'évolution de la force de filage (voir **Figure 30**).

1. Le premier régime correspond à la phase de remplissage de la filière. La force croît.
2. Le deuxième régime est le « pic de filage ». Celui-ci survient dès que la filière est remplie. La force est maximale et « anormalement » élevée et il est mis en évidence par l'évolution ultérieure de la force (cf. ci-dessous). Son origine est incertaine, mais peut être liée à l'évolution du régime de lubrification (formation progressive du film lubrifiant la filière), à la rhéologie du matériau, du fait par exemple de l'augmentation progressive de l'échauffement de la zone de déformation....

3. La troisième phase correspond au régime établi du filage où la force décroît à peu près linéairement. La pente moyenne de la courbe  $dF/dL$  durant cette phase permet d'estimer la cission de frottement entre le lopin et le conteneur [LOG 05, MIN 04 1, MIN 04 2, FEL 08]. Par extrapolation au début de filage, on visualise l'incrément dû au pic de filage  $\Delta F$ .
4. La dernière phase du filage est le filage du graphite et l'éjection du produit filé. On constate donc une chute brutale de la force.

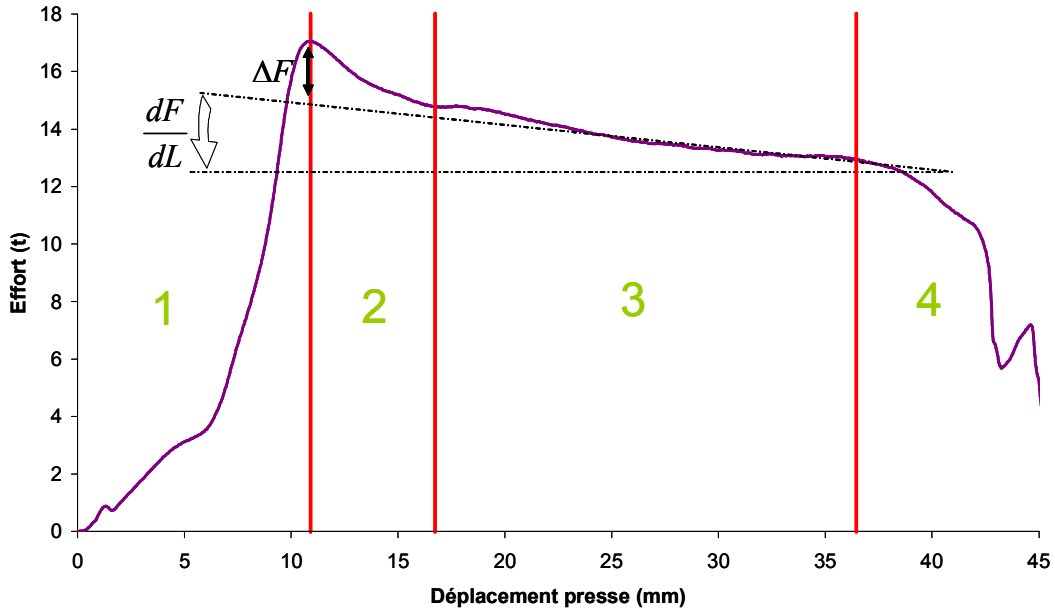


Figure 30 : Evolution de la force au cours du filage de Zircaloy-4 à 752°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

#### II.1.3.3.2. Estimation des cissions frottantes entre le conteneur et le lopin à partir de la courbe de force.

La pression de filage de barres pleines peut être séparée en quatre composantes :

$$P = P_c + P_f + P_p + P_{def} \quad (\text{Équation 36})$$

$P_c$  est la contribution des cissions de frottement entre le conteneur et le lopin,  $P_f$  celle des cissions de frottement entre le lopin et la filière,  $P_p$  celle des cissions de frottement entre la barre filée et la portée et  $P_{def}$  est la force nécessaire à la déformation du matériau. Un filage sur aiguille comporterait une composante supplémentaire due au frottement entre le lopin et l'aiguille. Pendant le régime établi du filage, l'interprétation la plus simple consiste à supposer que seul  $P_c$  évolue du fait de la diminution de la longueur de la billette  $L_c$ . bien que la température en filière évolue légèrement durant cette phase. On a alors :

$$P_c = 2\pi.R_c.L_c(t).\tau_c \quad (\text{Équation 37})$$

$R_c$  est le rayon intérieur du conteneur,  $L_c(t)$  la longueur de conteneur en contact avec le lopin au temps  $t$  et  $\tau_c$  la cission frottante à l'interface conteneur/lopin. Il est ainsi possible, à partir

de la connaissance de la pente d'évolution de  $F$  avec la course, de calculer  $\tau_c$  de la manière suivante :

$$\tau_c = \frac{1}{2\pi R_c} \frac{dF}{dL} \quad (\text{Équation 38})$$

#### II.1.3.3.3. Estimation du cépage élastique de l'ensemble montage+presse.

Afin d'identifier le déplacement réel du poussoir dans le conteneur et donc d'obtenir une valeur correcte de la pente des efforts de filage, il est nécessaire de connaître le cépage élastique de l'ensemble montage+presse. On a ainsi réalisé des essais de mini-filage particuliers sur du Zircaloy-4 dont le déroulement est le suivant :

1. Un mini-filage classique commence.
2. Le mini-filage est stoppé.
3. Aussi vite que possible après cet arrêt, le déplacement du poussoir est inversé, le but étant de réaliser un retour élastique assez lent afin de pouvoir l'observer. En pratique il s'écoule 6 secondes entre l'arrêt du mini-filage et l'inversion de la marche, ceci étant lié au temps de réaction du système de régulation).
4. Le mini-filage reprend.

Du fait du comportement visqueux du Zircaloy-4 à ces températures, on assiste à un phénomène de fluage pendant l'arrêt de la machine qui se poursuit donc pendant le déchargement élastique. En extrapolant le comportement de fluage du métal pendant les 6 secondes d'arrêt sur le début de l'inversion du mouvement (**Figure 31**), on obtient directement le cépage élastique, par soustraction de l'effet de fluage à l'effort mesuré (pente de la courbe de la **Figure 32**).

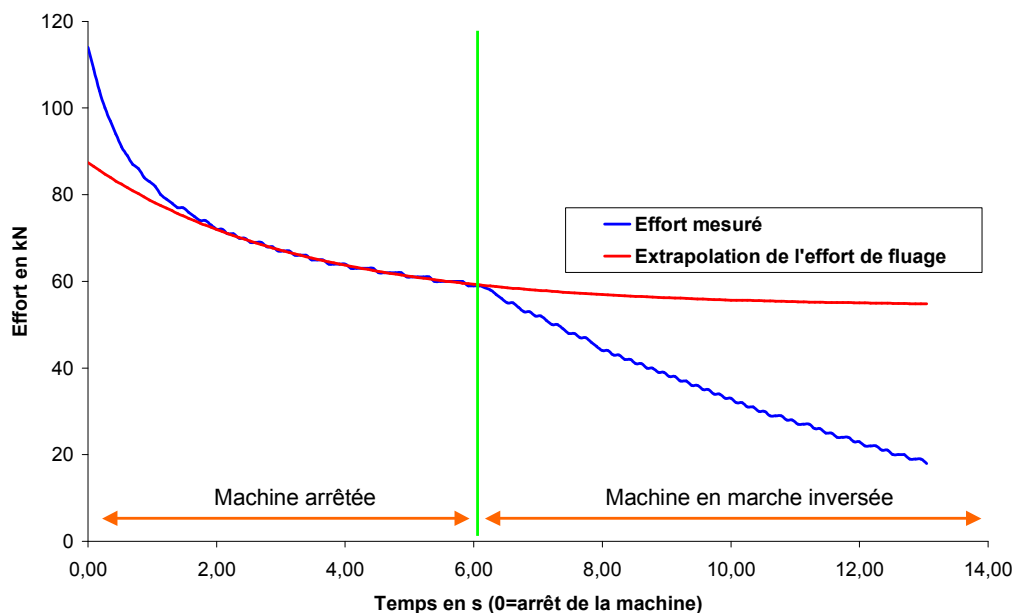


Figure 31 : Evolution de l'évolution de la force pendant l'arrêt et l'inversion de marche de la machine.

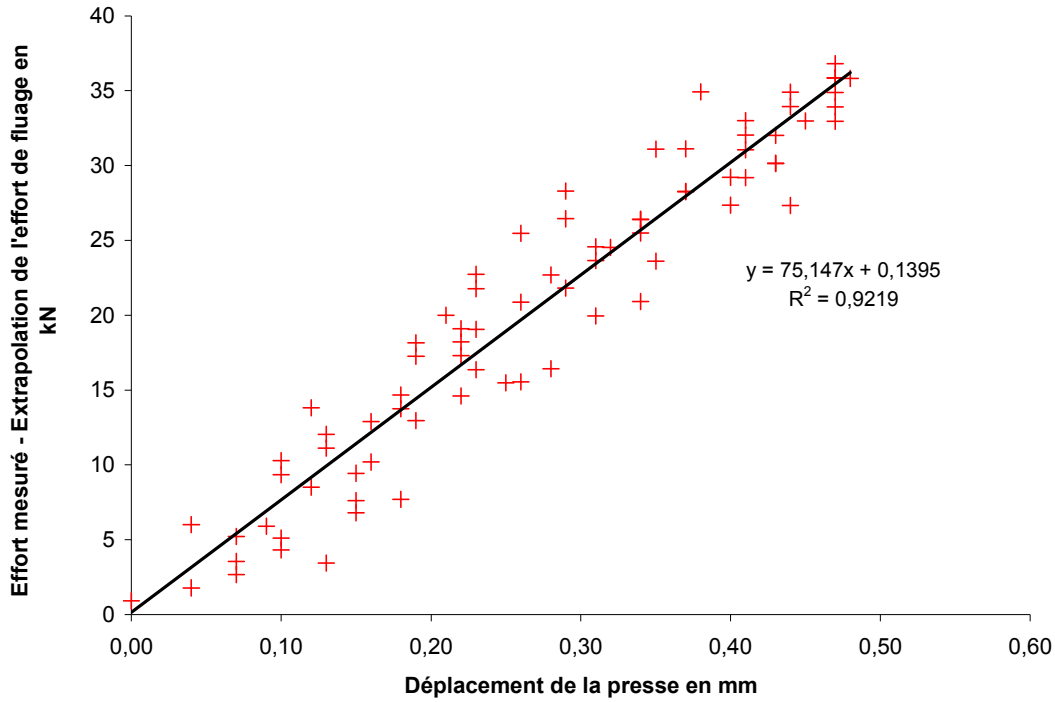


Figure 32 : Estimation du cé dage élastique.

Quatre essais ont été réalisés dans les conditions nominales de mini-filage ( $750^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{\text{ref}}$  et  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ ). Ce cé dage est linéaire et correspond à une valeur moyenne de raideur  $C=79$  kN/mm. La connaissance du cé dage élastique  $C$  est nécessaire afin d'obtenir les courbes de forces de filage réelles et ainsi apporter une correction à la valeur apparente de la pente de filage. Considérant que le déplacement mesuré par la presse est la somme de la déformation élastique du banc et du mouvement de poussoir, on peut écrire que la pente réelle de filage vaut :

$$\left(\frac{dF}{dL}\right)_{\text{réel}} = \frac{1}{\frac{1}{\left(\frac{dF}{dL}\right)_{\text{apparent}}} - \frac{1}{C}} \quad (\text{Équation 39})$$

#### II.1.3.3.4. Etude de la reproductibilité des pentes de filage.

Afin de tester la reproductibilité des essais, on a déterminé la dispersion des résultats expérimentaux dans des conditions proches des conditions nominales, c'est-à-dire pour une température  $T \sim 750^{\circ}\text{C}$ , une vitesse de filage de  $v_{\text{ref}}$  et un rapport de filage  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ . Cinq essais ont été réalisés, proches de ces conditions, mais à des températures légèrement différentes (voir **Figure 33**).

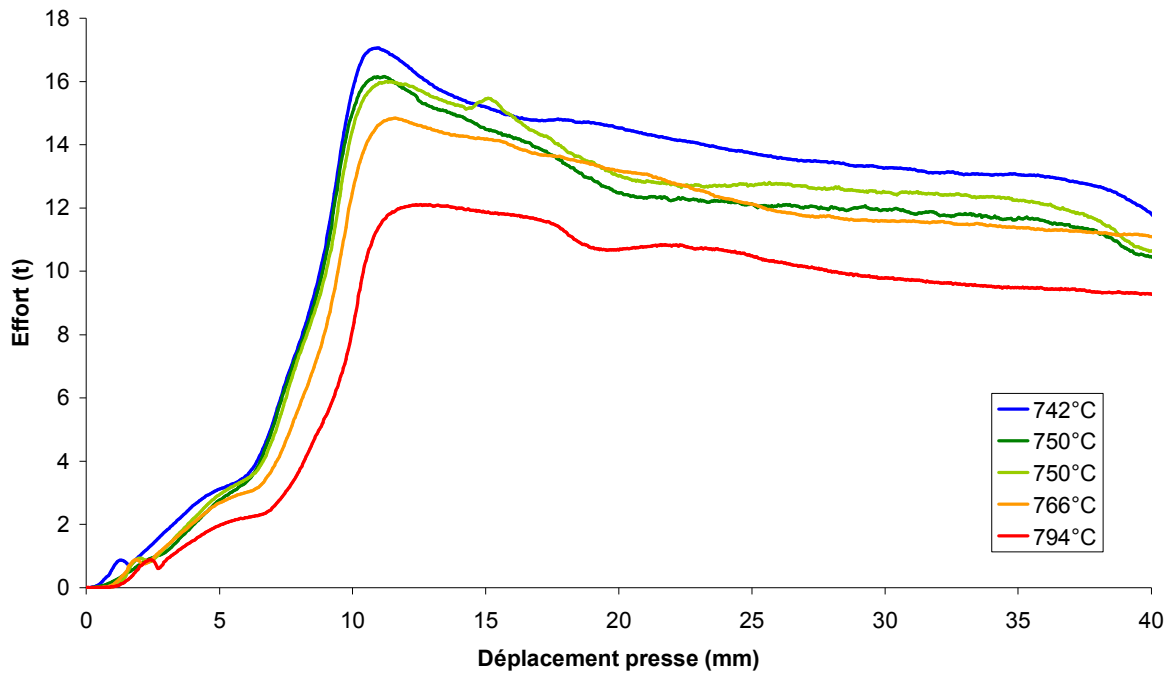


Figure 33 : Forces de filage pour différentes températures (mini-filages à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ ).

En traçant l'évolution la pente de filage  $\frac{dF}{dL}$  en fonction de la température de filage (voir **Figure 34**), il n'apparaît pas de tendance claire, mais la variation de température est assez faible. Le calcul de l'écart type des valeurs donne 0,007 tonnes/mm pour une valeur moyenne de 0,049 tonnes/mm. Ainsi, l'incertitude sur la valeur de la pente de filage donc sur la valeur des cisssions frottantes entre le lopin et le conteneur, est importante (environ 15 %).

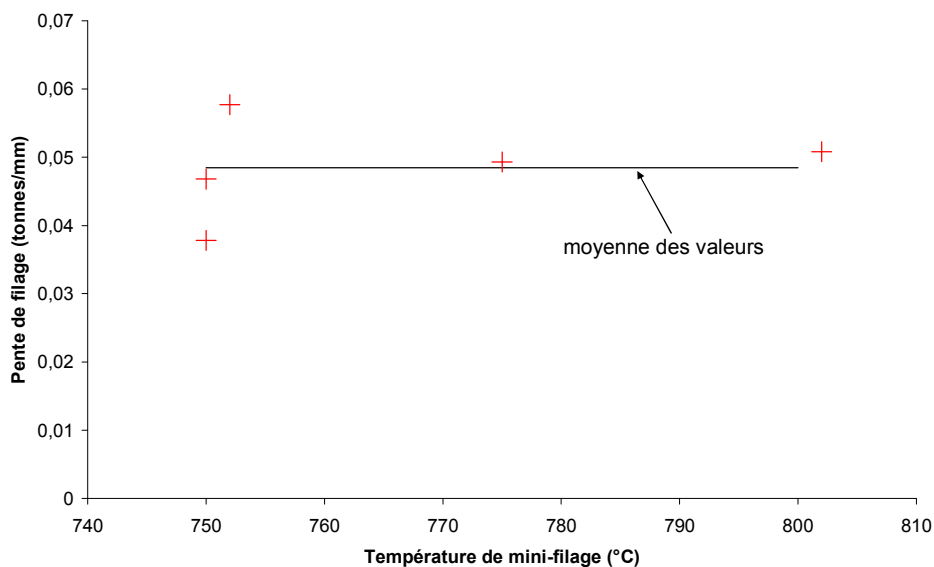


Figure 34 : Dispersion de la pente de filage.

## II.2. Torsion à chaud.

L'identification de certains paramètres du modèle microstructural présenté au chapitre IV a nécessité la réalisation d'essais mécaniques de laboratoire de type torsion (voir **Figure 35**). Les dimensions des éprouvettes (diamètre  $2R=6$  mm, longueur utile  $L=19$  mm) ont été choisies compte tenu de la puissance du banc de torsion disponible au CEMEF et de la nécessité de disposer d'un maximum d'ex-grains  $\beta$  (leur taille pouvant atteindre le millimètre) dans le diamètre de l'éprouvette afin de limiter les phénomènes de localisation de la déformation. Le chauffage de l'éprouvette est réalisé par induction électromagnétique, la régulation de température se faisant à l'aide d'un thermocouple inséré dans l'éprouvette et dont la soudure chaude se situe à proximité de la zone utile (**Figure 35**). L'homogénéité de température dans la zone utile est vérifiée avant chaque campagne d'essai à l'aide d'une éprouvette spéciale percée sur toute la longueur de la zone utile. Le critère retenu en terme d'homogénéité thermique est un écart maximum de  $5^\circ\text{C}$  dans la zone utile, ce qui limite la localisation de la déformation au moins au démarrage de l'essai.

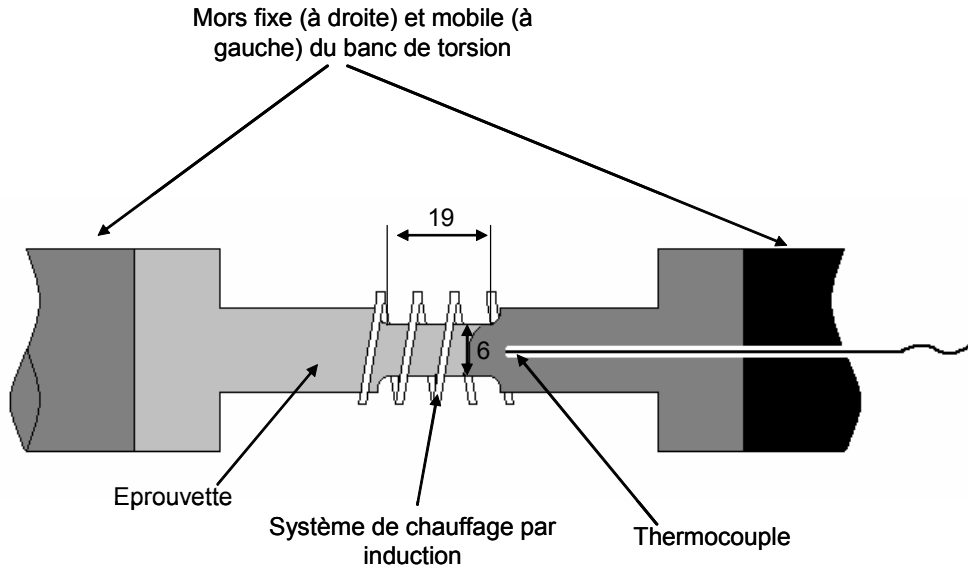


Figure 35 : Schéma de principe de l'essai de torsion à chaud.

On mesure l'évolution du couple  $C$  en fonction du nombre de tours  $N$  pour une vitesse de rotation  $\dot{N}$  constante. La méthode de Fields & Backofen [FIE 57] permet d'obtenir l'évolution de la contrainte d'écoulement  $\sigma$  à la périphérie de la zone utile d'une éprouvette de rayon  $R$  :

$$\sigma(r) = \frac{\sqrt{3}C}{2\pi R^3} (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \tilde{m} = \left( \frac{\partial \ln C}{\partial \ln \dot{N}} \right)_{N=cste} \\ \tilde{n} = \left( \frac{\partial \ln C}{\partial \ln N} \right)_{\dot{N}=cste} \end{cases} \quad (\text{Équation 40})$$

en fonction de la déformation équivalente  $\bar{\varepsilon}$  à la périphérie :



$$\bar{\varepsilon} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}L} R \quad (\text{Équation 41})$$

pour une vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  à la périphérie :

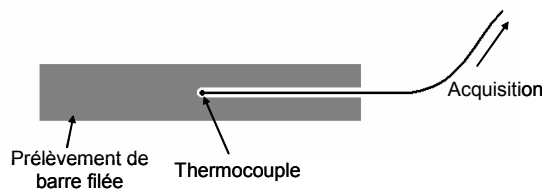
$$\dot{\varepsilon} = \frac{2\pi \dot{N}}{\sqrt{3}L} R \quad (\text{Équation 42})$$

où  $R$  est le rayon et  $L$  la longueur de la zone utile de l'éprouvette. Cette méthode suppose l'isotropie du matériau ce qui est discutable dans le cas du Zircaloy-4 trempé.

L'auto-échauffement n'est pas pris en compte dans le calcul de la contrainte vraie. En effet, considérant que la régulation thermique est efficace et que les vitesses de déformation ne sont pas trop élevées, on estime que les essais sont quasi-isothermes. En pratique, On n'observe pas d'évolution significative de température au niveau du point de mesure par thermocouple, mais il faut noter que cette mesure n'est faite qu'au voisinage de la zone de déformation (voir **Figure 35**). Ainsi, l'auto-échauffement s'avère difficile à estimer, mais peut raisonnablement être considéré comme faible.

### II.3. Traitements thermiques des échantillons.

Afin de caractériser en détail les évolutions métadynamiques des alliages, des traitements thermiques ont été réalisés sur certains échantillons dans un four rayonnant sous **air**. Or la modélisation des évolutions microstructurales (chapitre IV) nécessite la connaissance de l'histoire thermique des échantillons. Ainsi, des essais instrumentés ont été réalisés.



*Figure 36 : Echantillon test pour mesure de température dans le four de traitement thermique ( $L = 15 \text{ mm}$  et  $D = 6 \text{ mm}$  environ).*

Selon sa fiche technique, le four utilisé assure une température homogène à  $\pm 5^\circ\text{C}$  dans sa zone utile (définie par une distance minimale aux parois internes). Les barres traitées n'étant pas décapées après filage, elles gardent une couche de lubrifiant solide ce qui constitue une protection contre l'oxydation dans le four. Afin de connaître exactement l'évolution de température des échantillons dans le four, des essais ont été réalisés avec des échantillons instrumentés avec un thermocouple. Il s'agit d'un thermocouple gainé de diamètre 1 mm inséré par un perçage selon l'axe afin de positionner la soudure chaude et une certaine

longueur de thermocouple dans une zone exempte de gradient thermique afin d'obtenir une mesure fiable (**Figure 36**).

Deux échantillons de Zircaloy-4 de diamètres différents (correspondant aux filages à  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$  et  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}/1,3$ ) ont été instrumentés et placés dans le four à 750°C, l'évolution de température mesurée est la suivante (**Figure 37**). Comme prévu, la vitesse de montée en température est un peu plus faible pour la barre la plus épaisse ( $\lambda = \lambda_{\text{ref}}/1,3$ ). On note qu'il faut dans tous les cas au moins 1,5 min pour stabiliser la température de l'échantillon.

Afin de pouvoir transposer ces résultats à d'autres conditions (température, géométrie d'échantillons), on modélise le transfert de chaleur assuré par le four. Le seul échange de chaleur considéré est le rayonnement : le coefficient d'échange équivalent est :

$$h_{\text{ray}} = \frac{\varepsilon \sigma (T_{\text{four}}^4 - T_{\text{ech}}^4)}{(T_{\text{four}} - T_{\text{ech}})} = \varepsilon \sigma (T_{\text{four}}^2 + T_{\text{ech}}^2) (T_{\text{four}} + T_{\text{ech}}) \quad (\text{Équation 43})$$

$\varepsilon$  est l'émissivité du l'échantillon,  $\sigma$  est la constante de Stephan-Boltzmann,  $T_{\text{four}}$  et  $T_{\text{ech}}$  les températures absolues des parois du four et de la surface de l'échantillon. Il vaut ici 75 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> en début de traitement (lorsque l'échantillon est encore froid) alors que l'on peut estimer que l'atmosphère confinée de l'intérieur four (20 cmx30 cm x40 cm environ) assure un coefficient de transfert par convection de l'ordre de 5 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>. Le calcul du nombre de Biot  $Bi = \frac{k}{h_{\text{ray}} D}$ , où k est la conductivité thermique du métal et D le diamètre de

l'échantillon, donne 45 : cette valeur élevée indique que l'évolution de température est principalement contrôlée par les échanges avec l'extérieur et que la température de l'échantillon peut être considérée comme homogène.

Au cours d'une durée dt, l'échantillon reçoit la quantité de chaleur dQ telle que :

$$dQ = h_{\text{ray}} (T_{\text{four}} - T(t)) S dt \quad (\text{Équation 44})$$

$\varepsilon$  est l'émissivité de l'échantillon, et S la surface d'échange de l'échantillon telle que :

$$S = \pi D L + \frac{\pi D^2}{2} \quad (\text{Équation 45})$$

L est la longueur de l'échantillon, supposé cylindrique. La température de l'échantillon augmente d'une valeur dT telle que :

$$dQ = \rho C_p dT \quad (\text{Équation 46})$$

$\rho$  est la masse volumique de l'échantillon et  $C_p$  sa chaleur massique.

Ainsi, à partir des équations 44 et 46, on calcule l'évolution de température dT numériquement. Pour cela, on utilise les données matériaux suivantes :

$$\rho = 6500 \text{ kg/m}^3 \quad C_p = 286 + 0,1041 T(^{\circ}\text{C}) \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

On obtient ainsi un très bon accord avec l'expérience (**Figure 38**) en prenant pour émissivité :  $\varepsilon \sim 0,97$ . Cette valeur semble un peu élevée ; elle s'explique au moins partiellement par le fait

que les échanges par convection n'ont pas été pris en compte, mais aussi parce que l'échantillon est encore recouvert de restes de lubrifiant lors du traitement thermique.

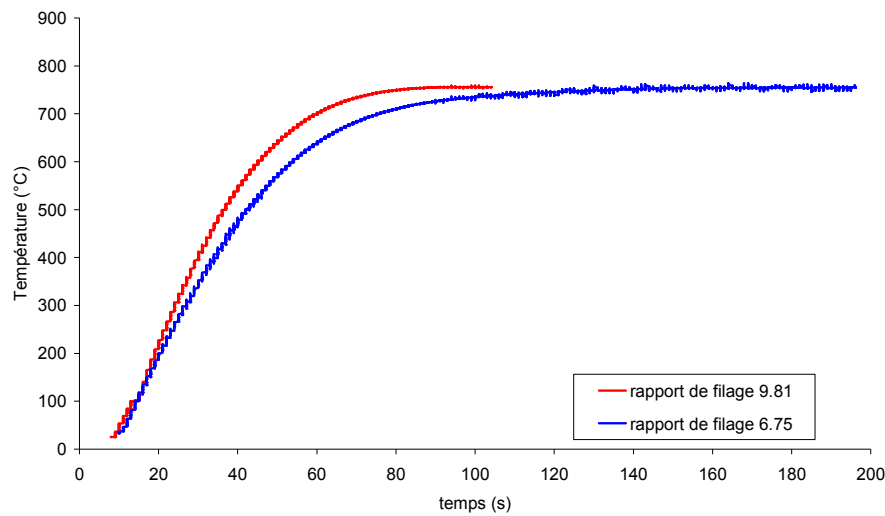


Figure 37 : Evolution de température lors d'un traitement thermique à 750°C.

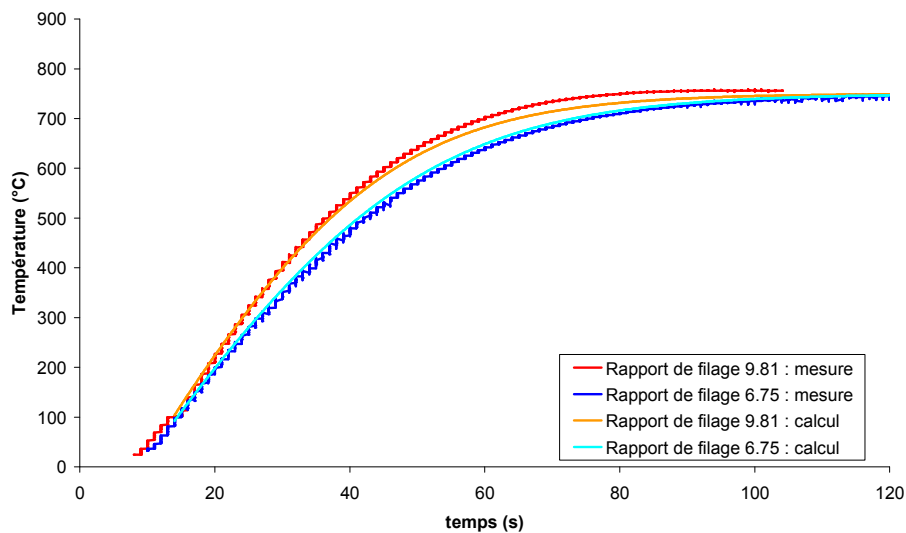


Figure 38 : Comparaison calcul/mesure.

## II.4. Préparation de surfaces pour observation en microscopie.

Les méthodes utilisées afin de réaliser les observations sur les alliages étudiés sont les suivantes. Les échantillons prélevés dans les barres filées se situent entre la moitié et les trois quarts de la barre, car dans cette zone, les conditions thermomécaniques de mise en forme sont relativement stables (voir III.1.2.1). On effectue ensuite une coupe longitudinale (voir **Figure 39**).

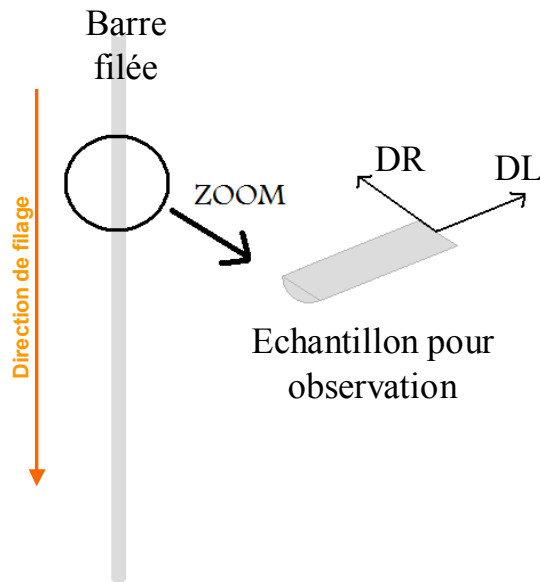


Figure 39 : Prélèvement d'un échantillon dans une barre filée.

La préparation des échantillons pour l'observation en microscopie optique a été réalisée de la manière suivante. Après un polissage mécanique grossier (grain 4000) et un polissage électrolytique (bain : méthanol 900 ml, butylglycol 575 ml, acide perchlorique 90 ml, polissage sous une tension de 25 V durant 50 s avec un bain entre 5 et 10°C) l'échantillon subit une oxydation anodique: (bain : acide oxalique 10 g, acide citrique 10 g, acide orthophosphorique 10 ml, éthanol 120 ml, eau distillée 70 ml, attaque sous une tension de 12 V pendant 90 s). Cette préparation permet d'observer les échantillons en lumière polarisée, la coloration révélant les différences d'orientation cristallographique en niveaux de gris (voir **Figure 40**).

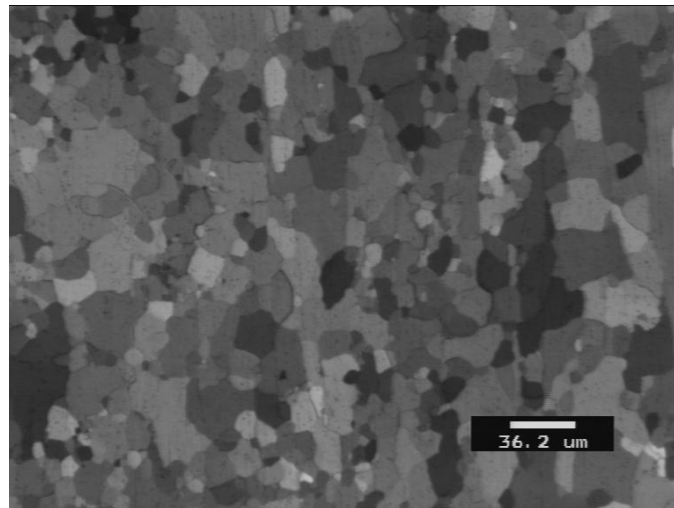


Figure 40 : Micrographie optique d'un échantillon de Zircaloy-4 filé et ayant subi un traitement thermique

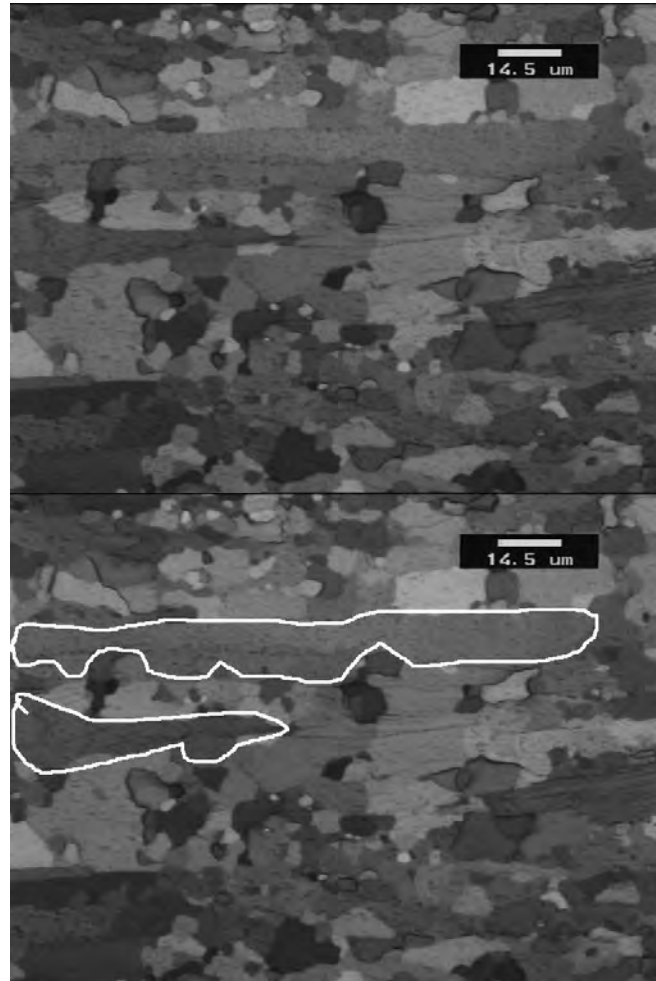
Pour l'observation en microscopie électronique et en particulier pour la préparation permettant les mesures EBSD (Electron Back Scattered Diffraction : cette technique permet de quantifier les orientations cristallographiques point par point sur une zone d'observation

donnée), il n'y a pas d'oxydation anodique mais une légère attaque chimique en utilisant le réactif de Kroll ( $\text{HF}+\text{HNO}_3$ ) qui, en pratique, améliore la résolution des mesures EBSD.

## II.5. Quantification des microstructures.

### *II.5.1. Quantification du taux de recristallisation.*

#### II.5.1.1. Méthode.



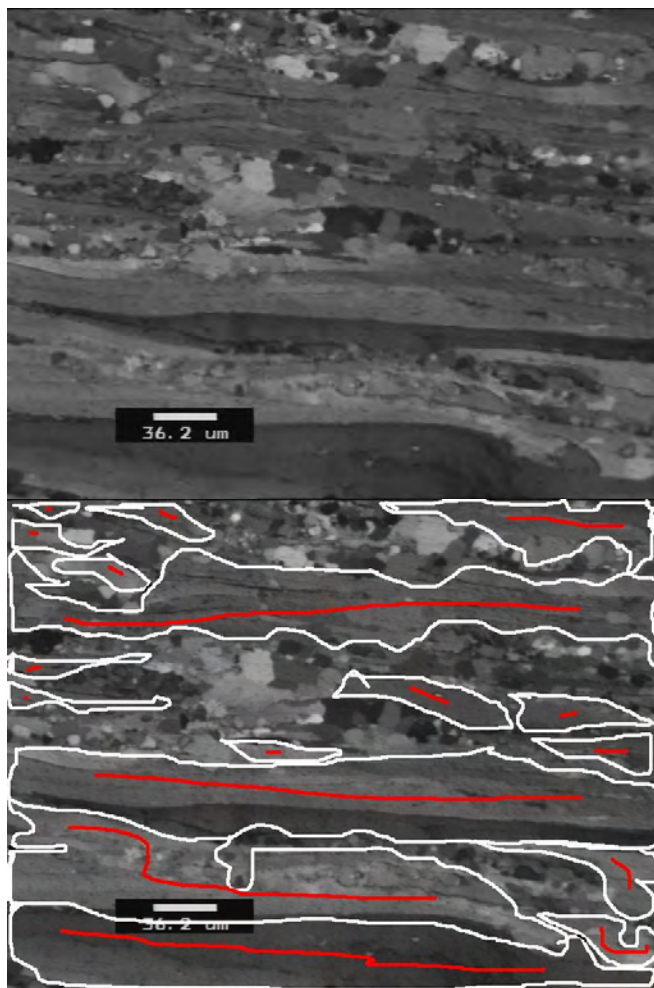
*Figure 41 : Quantification de microstructure sur un échantillon de Zircaloy-4 filé ayant subi un traitement thermique (en haut l'image obtenue en microscopie optique, en bas la même image où les zones non recristallisées sont entourées en blanc).*

Le but est de quantifier un état microstructural après déformation à chaud suivie éventuellement d'un traitement thermique afin d'obtenir des données quantitatives pour construire une modélisation des évolutions microstructurales au cours du filage. Nous avons décidé de caractériser cet état par un taux de transformation qui correspond au taux d'effacement de la structure lamellaire initiale. La démarche est de rechercher les restes de la structure de trempe, mesurer la fraction de surface correspondante, la complémentaire étant la proportion transformée. Pour cela, on entoure sous un logiciel tel que Paint® les zones non

transformées par une ligne blanche (voir **Figure 41** et **Figure 42**), puis un logiciel d'analyse d'image permet de calculer la surface des zones correspondantes.

Dans le cas d'un échantillon ayant subi un filage puis un traitement thermique, les zones non transformées sont simples à identifier, car il reste peu de longs grains allongés dans le sens du filage (**Figure 41**).

Dans le cas d'un échantillon brut de mini-filage, le travail est un peu plus fastidieux (voir **Figure 42**). N.B. : les contours fermés sont marqués en rouge pour améliorer la visibilité.



*Figure 42 : Quantification de microstructure sur un échantillon de Zircaloy-4 filé n'ayant pas subi de traitement thermique (en haut l'image obtenue en microscopie optique, en bas la même image où les zones non recristallisées sont entourées en blanc).*

Les quantifications sont faites sur des zones de 0,102 mm<sup>2</sup> d'aire. Aussi, afin d'avoir des résultats représentatifs, chaque valeur de taux de recristallisation est en fait la moyenne de dix mesures afin de limiter l'écart type sur la mesure qui est ainsi de l'ordre de 3 % (voir paragraphe suivant).

### II.5.1.2. Estimation de l'incertitude de mesure.

Afin d'estimer la dispersion des mesures de taux de recristallisation, un calcul de l'écart type sur la mesure du taux de recristallisation a été fait. Le cas considéré est un échantillon prélevé sur une barre filée à  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ , 730°C,  $v_{\text{ref}}$ , puis traité thermiquement 1 min à 750°C, les observations étant faites à cœur de l'échantillon. La mesure du taux de recristallisation a été faite sur trente images. On obtient ainsi une valeur moyenne de taux de recristallisation de 70,3 % avec un écart type  $\sigma$  égal à 10,8 %.

On considère un taux de recristallisation donné par la valeur moyenne de dix images. Dans ce cas l'écart type sur la moyenne de 10 mesures prises aléatoirement dans les 30 mesures de départ est donné par  $\sigma/\sqrt{10}$  soit 3,3 %.

## II.5.2. *Mesure de la taille des grains.*

### II.5.2.1. Méthode.

Quelques mesures de la taille des grains ont été effectuées par la méthode « mean intercept length ». Le principe consiste à tracer des lignes d'orientation quelconque sur une micrographie, on compte le nombre  $n$  d'intersection entre une de ces lignes et les joints de grain, la taille de grain ainsi mesurée est égale à la longueur totale de la ligne divisée par  $n$ . En pratique, 15 lignes ont été tracées avec différentes orientations sur chaque image et chaque résultat est la moyenne des valeurs obtenues sur trois images d'aire 0,102 mm<sup>2</sup>. Ce choix de limiter les mesures à trois images est justifié par l'écart type obtenu sur la mesure (voir paragraphe suivant), mais est aussi par le temps nécessaire à l'analyse de chaque image.

### II.5.2.2. Estimation de l'incertitude.

De la même façon que pour le taux de recristallisation, douze quantifications ont été faites sur un échantillon filé à  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}/1,3$ , 686°C,  $v_{\text{ref}}$ , puis traité thermiquement 2 min à 750°C. La moyenne des valeurs est de 11,8  $\mu\text{m}$  pour un écart type  $\sigma$  de 1,38  $\mu\text{m}$ . Or c'est la moyenne de trois mesures qui est retenue. On estime ainsi l'écart type sur la moyenne de 3 mesures prises aléatoirement dans les 12 mesures de départ à  $\sigma/\sqrt{3}$  soit 0,79  $\mu\text{m}$ .

## II.6. Etude in-situ en microscopie électronique.

Le but de ces expériences est de caractériser les évolutions de microstructures en tout début de traitement thermique. En pratique, on réalise des mesures EBSD sur un échantillon, des traitements thermiques successifs et de brève durée directement dans la chambre du microscope électronique afin de pouvoir refaire des mesures EBSD sur la même zone après chaque traitement. Le dispositif de chauffage de l'échantillon est une fine lame de tantale

chauffée par effet Joule (voir **Figure 43**). L'échantillon est fixé sur la lame par quatre points de soudure. Deux thermocouples soudés sur l'échantillon servent à réguler le système de chauffage. Ainsi, au milieu de l'échantillon, une zone d'aire de l'ordre du millimètre carré reste suffisamment propre et dégagée pour réaliser les mesures EBSD.

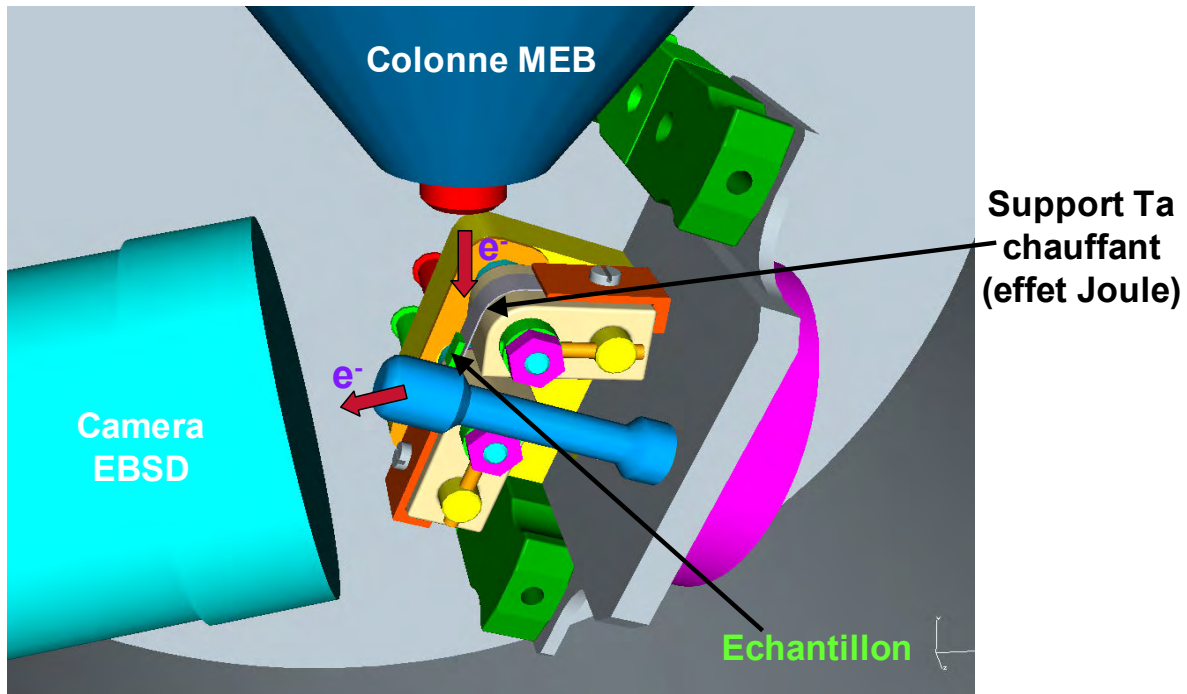


Figure 43 : Dispositif de chauffage à l'intérieur du microscope électronique.

## II.7. Etude du lubrifiant.

On peut penser que du fait de son épaisseur, le film solide déposé sur le métal assure une lubrification quasi-hydrodynamique en régime établi de filage. La détermination du comportement rhéologique du lubrifiant est donc une première étape dans la caractérisation du frottement. Pour ce faire, on a réalisé un essai simple de caractérisation du comportement mécanique de ce lubrifiant : l'essai de piégeage d'un film mince de lubrifiant.

### ***II.7.1. Les essais de piégeage de film solide de lubrifiant.***

Ils consistent à écraser une couche épaisse de lubrifiant entre deux demi-cylindres de Zircaloy-4 à une température fixée par un four et une vitesse constante (voir **Figure 44**). Cela permet d'imposer au lubrifiant une pression moyenne  $\bar{p}$  comparable à la contrainte d'écoulement plastique  $\sigma_0$  du Zircaloy-4. En observant l'épaisseur de lubrifiant résiduel en fin d'essai, il est possible de remonter à la contrainte de cisaillement moyenne du film lubrifiant  $\bar{\tau}$ , en supposant qu'il adhère parfaitement au métal, dans les conditions de vitesse de cisaillement et de température de l'essai.



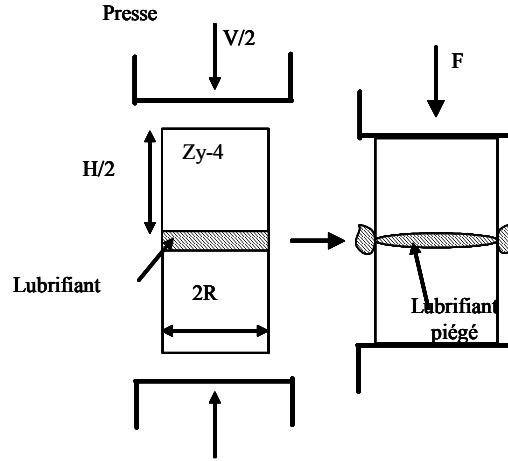


Figure 44 : Essai de piégeage [MIN 04 2].

Une analyse simple par la méthode des tranches permet d'identifier la cisssion moyenne  $\bar{\tau}$  du lubrifiant (**Figure 45**) après mesure au microscope optique de l'épaisseur résiduelle moyenne  $h$  du film de lubrifiant (**Figure 46**).

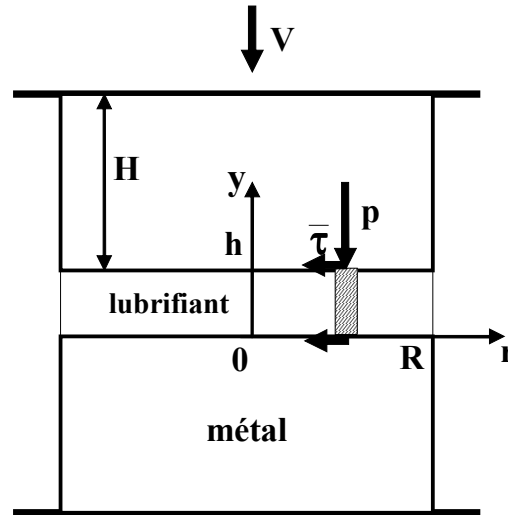


Figure 45 : Modélisation de l'essai.

L'équilibre d'une tranche de lubrifiant, de cisssion moyenne à l'interface  $\bar{\tau}$ , à l'abscisse  $r$  s'écrit (voir **Figure 45**) :

$$\frac{dp}{dr} = -2 \frac{\bar{\tau}}{h} \rightarrow p = 2 \frac{\bar{\tau}}{h} (R - r) \quad (\text{Équation 47})$$

$$\text{ainsi } \bar{p} = \frac{2}{R^2} \int_0^R 2 \frac{\bar{\tau}}{h} (R - r) r dr = \frac{2}{3} \frac{\bar{\tau}}{h} R \quad (\text{Équation 48})$$

La pression moyenne  $\bar{p}$  dans le film est égale à la contrainte d'écoulement en fin d'essai  $\sigma_0$  ; elle est déterminée par la formule de Polakowski qui suppose que la déformation est homogène dans chaque bloc qui reste donc cylindrique au cours de la déformation :

$$\sigma_0 = \frac{H_0}{H_f} \frac{F}{\pi.R^2} \quad (\text{Équation 49})$$

R rayon initial du lopin, F force finale de forgeage,  $H_0$  et  $H_f$  hauteurs initiale et finale du lopin.

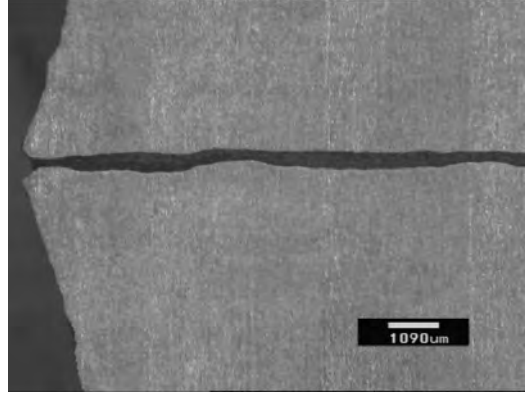


Figure 46 : Observation du film piégé au microscope optique.

### II.7.2. Dépouillement avancé de l'essai de piégeage.

Le dépouillement détaillé ici propose une modélisation simple permettant d'identifier une loi rhéologique du type thermoviscoplastique à partir des résultats issus des essais de piégeage.

#### II.7.2.1. Hypothèses du modèle.

On suppose que le lubrifiant a un comportement du type thermoviscoplastique, avec pour cisson :

$$\tau = K \dot{\gamma}^s \exp(-\delta(T - T_0)) \quad (\text{Équation 50})$$

$\dot{\gamma}$  est la vitesse de cisaillement et T la température. Il faut déterminer la consistance K, l'exposant s et le coefficient de thermodépendance  $\delta$ . Le lubrifiant est cisailé entre les deux lopins de métal, et on suppose que :

- leur surfaces sont parallèles et de vitesse négligeable devant celle du lubrifiant :
- le lubrifiant adhère parfaitement aux parois :  $u(y = \pm h') = 0$  où  $h' = h/2$  (Figure 47).

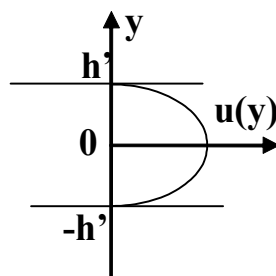


Figure 47 : Distribution de vitesse à travers l'épaisseur du film à l'abscisse r.

On estime pour chaque essai la vitesse de cisaillement moyenne au moment du piégeage  $\bar{\gamma}$  et la température effective moyenne  $T_e$  du lubrifiant.

La modélisation de l'essai se décompose en deux temps :

- Ecrasement du lubrifiant depuis une épaisseur initiale  $h_i$  jusqu'à l'épaisseur  $h$  pour laquelle la pression moyenne à l'interface  $\bar{p}$  atteint la contrainte d'écoulement plastique du métal
- Déformation plastique des blocs de métal.

Le métal est supposé thermoviscoplastique, avec pour contrainte d'écoulement :

$$\sigma_0 = \sigma_1(T) \dot{\epsilon}^{m_1(T)} \quad (\text{Équation 51})$$

$$\text{et ainsi } \bar{p} = \sigma_1(T_i) \left( \frac{v}{2H} \right)^{m_1(T_i)} \quad (\text{Équation 52})$$

avec  $v$  vitesse d'écrasement des 2 lopins de hauteur  $H$ .

#### II.7.2.2. Vitesse de cisaillement moyenne.

Le profil de vitesse dans l'épaisseur est symétrique et nous nous intéressons à la partie supérieure d'ordonnée  $y \geq 0$  (**Figure 47**) d'épaisseur  $h'$ . L'équation d'équilibre d'un film mince en cisaillement s'écrit :

$$-\frac{dp}{dr} = \frac{\partial \tau}{\partial y} \quad (\text{Équation 53})$$

Pour la loi rhéologique du lubrifiant (équation 50) :

$$-\frac{dp}{dr} = \frac{\partial}{\partial y} \left( K \left( -\frac{\partial u}{\partial y} \right)^s \right) \quad (\text{Équation 54})$$

On en déduit l'expression du champ de vitesse :

$$u(y) = \frac{s}{s+1} \left( \frac{-1}{K} \frac{dp}{dr} \right)^{\frac{1}{s}} \left( -y^{\frac{1}{s}+1} + h'^{\frac{1}{s}+1} \right) \quad y \geq 0 \quad (\text{Équation 55})$$

puis celle du débit de lubrifiant  $q$  :

$$q(r) = \int_{-h'}^{h'} u dy = \frac{2s}{2s+1} \left( \frac{-1}{K} \frac{dp}{dr} \right)^{\frac{1}{s}} h'^{\frac{1}{s}+2} \quad (\text{Équation 56})$$

Lors de l'écrasement du film de lubrifiant, supposé incompressible, la conservation du volume dans le disque de rayon  $r$  donne l'expression du débit de lubrifiant  $q(r)$  chassé au rayon  $r$  :

$$\pi r^2 v = 2\pi r q(r) \rightarrow q(r) = v \frac{r}{2} \quad (\text{Équation 57})$$

Le report dans l'équation 56 permet d'obtenir :

$$p = \frac{1}{s+1} \left( v \frac{2s+1}{4s} \right)^s \frac{K}{h^{1+2s}} (R^{s+1} - r^{s+1}) \quad (\text{Équation 58})$$

On a donc :

$$\bar{p} = \frac{2}{R^2} \int_0^R p r dr = \frac{K}{s+3} \left( \frac{vR}{h^2} \frac{2s+1}{4s} \right)^s \frac{R}{h'} \quad (\text{Équation 59})$$

Soit en réintroduisant  $h=2h'$  :

$$\bar{p} = \frac{3K}{s+3} \left( \frac{vR}{h^2} \frac{2s+1}{s} \right)^s \frac{2R}{3h} \quad (\text{Équation 60})$$

Pour  $s=0$ , un passage à la limite redonne l'équation 48, ce cas correspond au cas du corps plastique pour lequel la vitesse de cisaillement moyenne est infinie (glissement aux parois sans cisaillement à travers l'épaisseur). La comparaison avec les formules de l'équation 48 et l'équation 50 permet de définir la vitesse de cisaillement moyenne représentative :

$$\bar{\gamma} = \frac{2s+1}{s} \left( \frac{3}{s+3} \right)^{\frac{1}{s}} \frac{vR}{h^2} \quad (\text{Équation 61})$$

Elle est proportionnelle à  $vR/h^2$ , mais dépend aussi de l'exposant  $s$  inconnu.

### II.7.2.3. Température moyenne effective.

Durant l'essai de piégeage, l'auto-échauffement du lubrifiant peut s'avérer important, ainsi, la détermination de la température effective lors de l'essai est nécessaire pour l'identification d'une rhéologie thermodépendante.

Soit  $T$  la température moyenne du lubrifiant,  $T_i$  la température initiale de l'essai et  $\Delta T = T - T_i$ . Soient  $\rho$ ,  $c$ ,  $k$  et  $a = k/(\rho c)$  la masse volumique, la chaleur massique, la conductivité thermique et la diffusivité thermique du lubrifiant. Supposons que la variation de température du métal est négligeable.

A un instant  $t$ ,

- un débit de lubrifiant  $\pi R^2 v$  est éjecté du contact au rayon  $R$ , ce qui correspond à l'éjection d'une quantité d'énergie convectée  $\pi R^2 v \rho c \Delta T$
- la conduction thermique évacue vers le métal par unité d'aire, en première approximation, le flux  $-\chi k \Delta T / h$  où  $\chi$  est un nombre de l'ordre de 6 pour une dissipation uniforme dans le film.

Le cisaillement du lubrifiant dissipe une énergie totale :

$$\begin{aligned}
\dot{W} &= 2\pi \int_0^R r dr 2 \int_0^{h'} \tau \frac{\partial u}{\partial y} dy \\
&= 2\pi \int_0^R r dr \left( -\frac{dp}{dr} \right) 2 \int_0^{h'} u dy
\end{aligned}
\tag{Équation 62}$$

En introduisant l'équation d'équilibre approchée (équation 48) et l'expression du débit (équation 57), on a au total :

$$\dot{W} \approx \pi \int_0^R r dr \left( 2 \frac{\bar{\tau}}{h} \right) \frac{v r}{h} = \pi R^2 v \left( \frac{2 \bar{\tau} R}{3 h} \right)
\tag{Équation 63}$$

On a donc l'équation de bilan global de l'énergie :

$$\rho c \pi R^2 h \frac{d\Delta T}{dt} = \pi R^2 v \left( \frac{2 \bar{\tau} R}{3 h} \right) - \rho c \pi R^2 v \Delta T - 2 \pi R^2 \chi k \frac{\Delta T}{h}
\tag{Équation 64}$$

Comme  $v = -dh/dt$ , on a donc :

$$-h \frac{d\Delta T}{dh} = - \left( 1 + \frac{2 \chi a}{v} \frac{1}{h} \right) \Delta T + \left( \frac{2 \bar{\tau} R}{3 \rho c} \right) \frac{1}{h}
\tag{Équation 65}$$

Pour intégrer cette expression, on suppose la cission constante durant l'écrasement. Cette équation est alors une équation linéaire du premier ordre qui s'intègre par la méthode de la « variation de la constante » à partir de la condition initiale  $\Delta T(h=h_i)=0$ . On obtient, en tenant compte de l'expression de la pression moyenne (équation 52) :

$$\Delta T = \frac{\bar{p}}{\rho c} Pe \left( 1 - Pe - \left( \frac{h}{h_i} - Pe \right) \exp \left[ \frac{-1}{Pe} \left( 1 - \frac{h}{h_i} \right) \right] \right) \quad \text{avec} \quad Pe = \frac{v h}{2 \chi a}
\tag{Équation 66}$$

Cette équation permet donc d'estimer la température effective de piégeage du lubrifiant et donc à quelle température affecter la valeur de la cission moyenne. Il faut noter que si l'épaisseur initiale est proche de l'épaisseur piégée, l'échauffement est faible. A l'inverse, si  $h \ll h_i$ , l'influence de  $h_i$  est insignifiante.

#### II.7.2.4. Identification des paramètres rhéologiques

Ainsi, connaissant la température effective de piégeage, on identifie les paramètres de l'équation 50 en posant l'égalité de l'équation 48 et de l'équation 60 en vertu de notre hypothèse de départ, à savoir que la pression  $\bar{p}$  dans le film est égale à la contrainte d'écoulement plastique  $\sigma_0$  du métal. A noter que dans l'équation 50,  $K$ ,  $\delta$  et  $T_0$  ne peuvent pas être déterminés de manière découplée ; on se donne donc une température de référence afin d'identifier les autres paramètres. L'évaluation numérique de la correction thermique montre qu'elle est significative et que la connaissance des propriétés thermophysiques du film est indispensable.

### II.7.2.5. Effet de la déformation du métal

Qualitativement, la transition entre la phase de déformation du lubrifiant et celle du métal n'est pas aussi tranchée. Tout dépend des valeurs respectives de  $m_1$  et  $s$ ,  $K$  et  $\sigma_1$ . A priori, en négligeant la déformation du métal lors de la phase de piégeage,

- on surestime la valeur de la vitesse d'écrasement du lubrifiant, donc sa vitesse de cisaillement
- on sous-estime la conduction thermique, donc on surestime l'échauffement du lubrifiant.

### II.7.3. Mesure de la conductivité thermique de film solide.

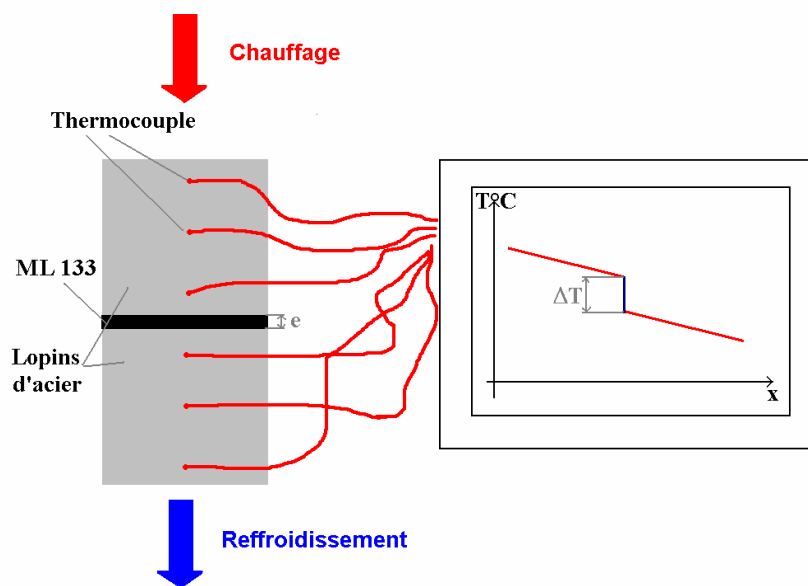


Figure 48 : Principe de la mesure.

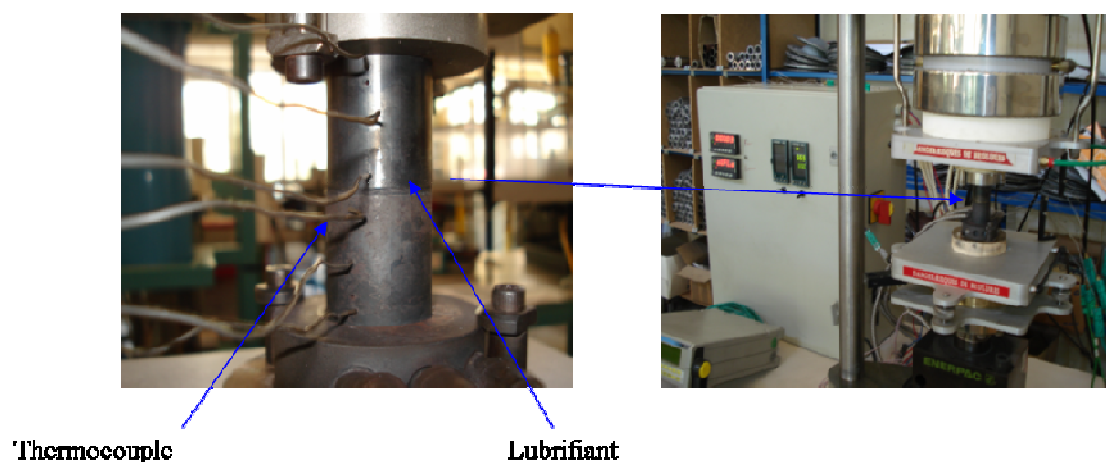


Figure 49 : Montage expérimental.

Afin de caractériser le comportement mécanique du film lubrifiant en tenant compte de son auto échauffement, il apparaît nécessaire de connaître sa conductivité. Puis la conductivité  $k$  entre dans l'expression de la diffusivité  $a = \frac{k}{\rho c}$  qui elle-même conditionne le nombre de Peclet et donc l'auto-échauffement du film de lubrifiant (voir équation 66).

Le principe de la mesure est simple puisqu'il s'agit de mesurer, dans un flux unidirectionnel de chaleur à travers un film de lubrifiant d'épaisseur  $e$  connue, la différence de température  $\Delta T$  entre les deux surfaces en contact avec deux lopins d'acier (voir **Figure 48** et **Figure 49**). La conductivité thermique de l'acier  $k_{\text{acier}}$  est connue, si bien que le flux de chaleur se calcule simplement de la manière suivante :

$$\varphi = k_{\text{acier}} \left| \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{\text{acier}} \quad (\text{Équation 67})$$

Le gradient de température dans chaque bloc est déduit de la mesure de leur température en des points bien positionnés de chaque bloc (**Figure 48**) ; leur évolution étant linéaire avec la distance à la surface, l'extrapolation fournit la température d'interface de chaque bloc avec le lubrifiant, donc le saut de température  $\Delta T$ . Ainsi, la conductivité du film lubrifiant est :

$$k_{LUB} = \frac{\varphi \cdot e}{\Delta T} \quad (\text{Équation 68})$$

## Chapitre III : Résultats expérimentaux.

Dans ce chapitre sont présentés tous les résultats issus des expériences pratiquées à l'aide des moyens décrits dans le chapitre précédent.

Les travaux de caractérisation des évolutions microstructurales ont pour but de fournir les informations qualitatives et quantitatives à la réalisation d'un modèle appliqué au filage à chaud. Ainsi, des échantillons déformés à l'aide du dispositif de mini-filage ont été observés que ce soit pendant la déformation, après déformation et après un traitement thermique post filage. De plus, la réalisation d'essais de torsion, en particulier avec sauts de vitesse, s'est avérée nécessaire afin de disposer de données rhéologiques pour identifier certains paramètres du modèle.

Enfin, seront présentées la caractérisation du frottement en filage à chaud ainsi qu'une étude sur le lubrifiant ayant pour but de modéliser les conditions de frottement à partir de la connaissance de sa rhéologie.



### III.1. Caractérisation du Zircaloy-4.

#### **III.1.1. Caractérisation des états initiaux.**

##### III.1.1.1. Etat trempé- $\beta$ .

Les échantillons de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  utilisés en torsion et mini-filage sont prélevés dans des billettes non percées, de diamètre égal à 200 mm environ. Ces billettes sont obtenues par forgeage à chaud dans le domaine  $\beta$ , puis trempées. Les textures héritées de la transformation beta – alpha sont considérées comme à peu près aléatoires [LOG99].

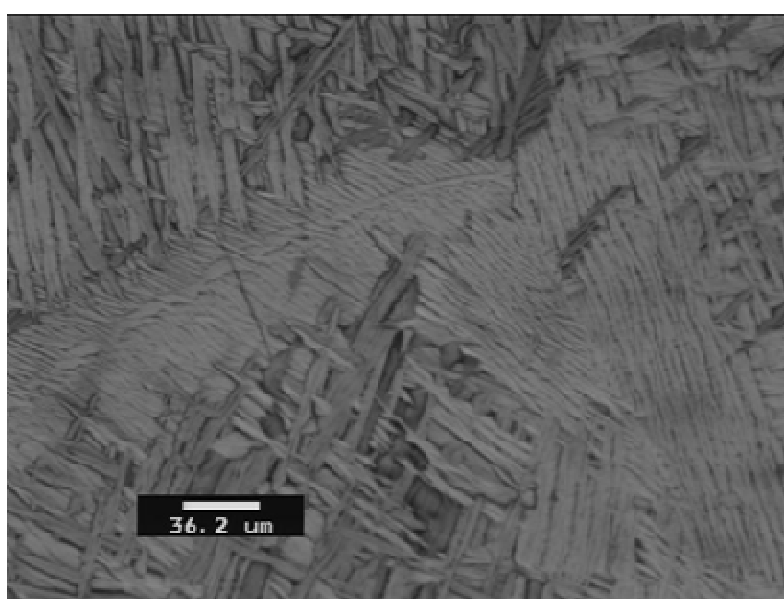


Figure 50 : Microstructure du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ , prélèvement à cœur.

Les échantillons présentent une structure lamellaire typique (voir **Figure 50**). On observe aussi une influence de la profondeur du prélèvement, donc de la vitesse de trempé, sur l'épaisseur moyenne des lamelles (voir **Tableau 6**).

Zone d'extraction d'échantillons	Peau (profondeur<20 mm)	Intermédiaire (profondeur=50 mm)	Cœur (profondeur=100 mm)
Epaisseur moyenne des lamelles (en $\mu\text{m}$ )	4	7	11

Tableau 6 : Epaisseur des lamelles pour différents états initiaux [BOU 07].

##### III.1.1.2. Etat laminé à chaud.

Les échantillons utilisés pour le filage à chaud ont été obtenus par laminage à 750°C (phase  $\alpha$ ) de barres trempé- $\beta$ . Le refroidissement après laminage est effectué à l'air. La

microstructure (voir **Figure 51**) résultante est morphologiquement équiaxe, le matériau ayant recristallisé dynamiquement lors du laminage.

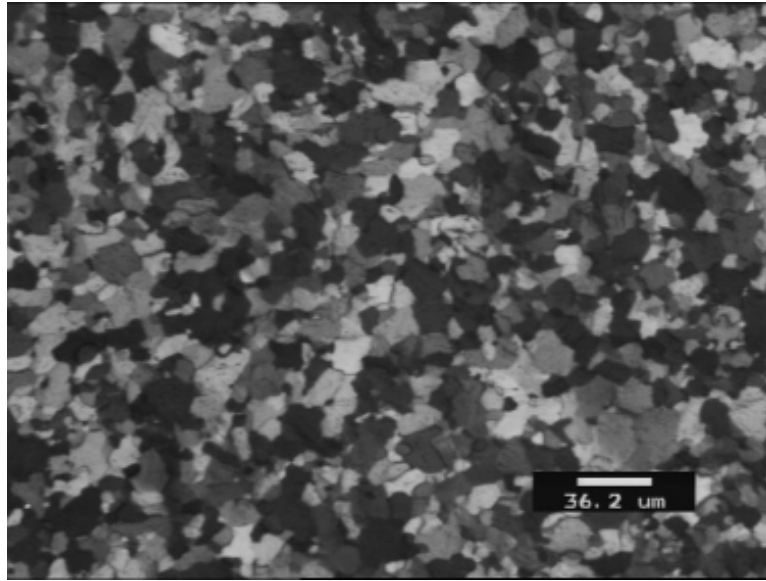


Figure 51 : Microstructure du Zircaloy-4 issu de laminage à chaud, observation à coeur.

### ***III.1.2. Caractérisation des états filés.***

#### ***III.1.2.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .***

Les microstructures observées après mini-filage de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  peuvent être qualifiées d'hétérogènes à plus d'un titre. Tout d'abord, sur une micrographie obtenue dans les conditions nominales de mini-filage ( $750^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{\text{ref}}$ ,  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ ), on observe une structure duplex composée :

- de gros grains allongés dans le sens du filage ; ce sont en fait des amas de lamelles de la structure initiale ;
- de grains de morphologie équiaxe de taille très variables (voir **Figure 52**). Logé [LOG 99], Chauvy [CHA 04] puis Vanderesse [VAN 08] ont montré que la fragmentation des structures lamellaires de Zircaloy-4 était contrôlée par des mécanismes combinés de recristallisation dynamique continue et de recristallisation dynamique géométrique. Leur taille peut atteindre la dizaine de microns, ce qui suggère une croissance de grain qui a dû se produire pendant le refroidissement après filage.

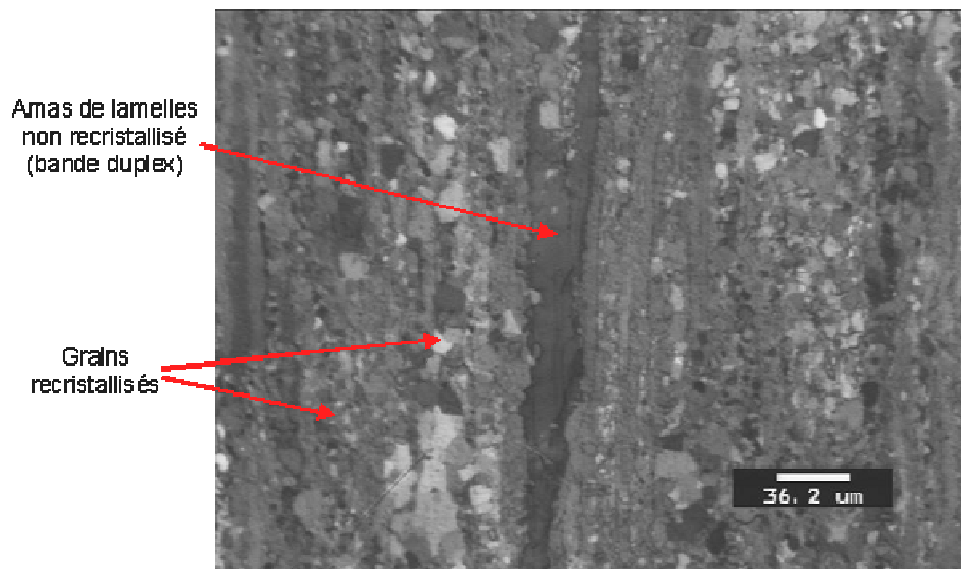


Figure 52 : Microstructure en peau d'une barre filée à 752°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Direction de mini-filage verticale.

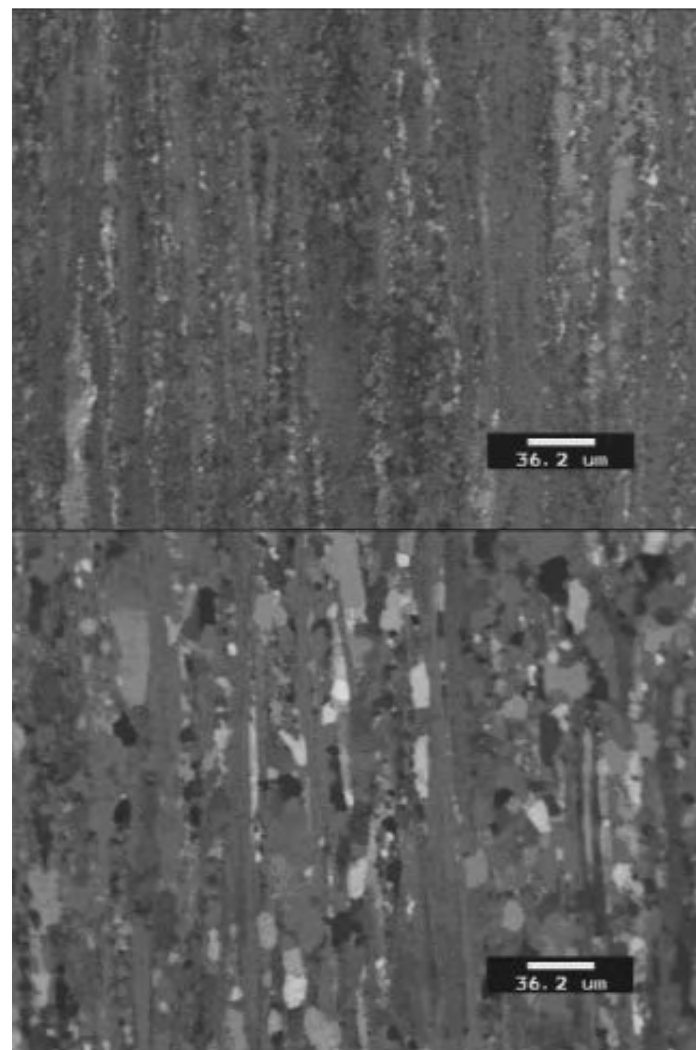
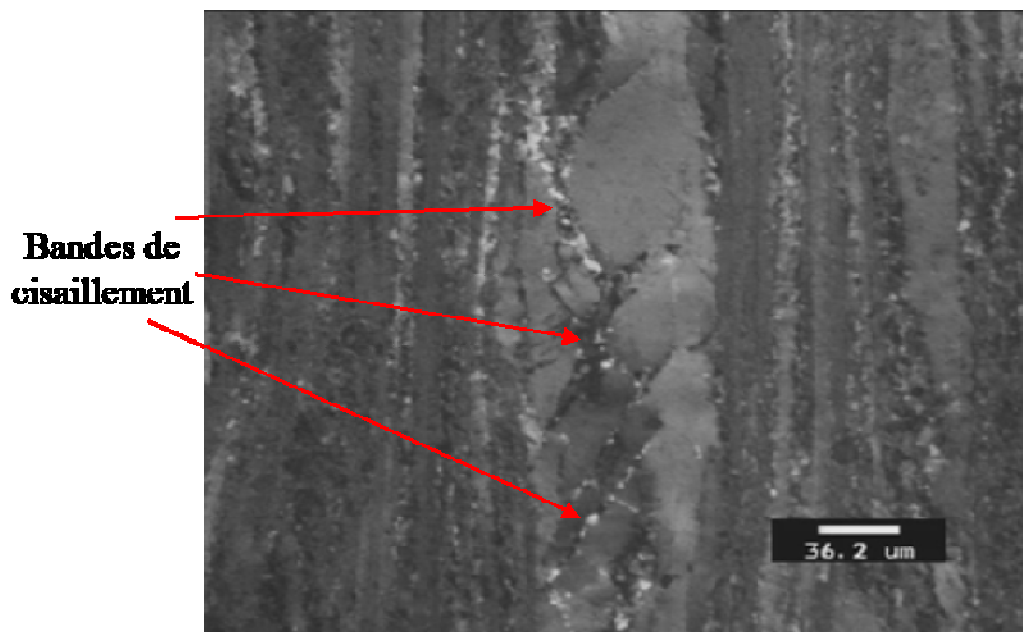


Figure 53 : Microstructures en peau d'un barre filée à 705°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  (en haut) et 802°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  (en bas). Direction de mini-filage verticale.

Une augmentation de la température de filage augmente énormément la taille des grains recristallisés (voir **Figure 53**) alors que le temps de refroidissement durant lequel la croissance peut se produire n'est que de quelques secondes. Ces observations montrent que la croissance de grain est très sensible à la température au voisinage de 750°C.

Le processus de fragmentation progressive des gros amas lamellaires est plus facile à observer aux plus basses températures où la croissance des grains recristallisés est limitée. Par exemple, pour un filage à 705°C (voir **Figure 54**) on peut observer un amas lamellaire traversé de bandes de cisaillement qui semblent être un site de germination de grains recristallisés. On distingue très clairement deux orientations privilégiées de cisaillement proches des directions de cisaillement macroscopique maximal à 45 °.



*Figure 54 : Microstructure en peau d'une barre filée à 705°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Direction de mini-filage verticale.*

Une diminution du rapport de filage, et donc de la déformation totale, limite également la croissance de grain au refroidissement. On a pu observer un amas lamellaire de près d'un millimètre de long : il présente de très nombreuses bandes de cisaillement et sa morphologie est complexe par endroit (voir **Figure 55**). On note de très nombreuses variations de teinte le long de l'amas semblant révéler les désorientations cristallographiques à l'intérieur de l'amas induites par la déformation. Etant donné les conditions thermomécaniques de ce mini-filage, les grains fragmentés sont très difficiles à voir, car très petits ; on peut néanmoins en observer certains par endroit.

A noter qu'après un traitement thermique, ces grains présentant des bandes de cisaillement ne sont plus visibles et semblent avoir disparu ce qui semble indiquer qu'il s'agirait des germes de recristallisation métadynamique qui vont « effacer » par leur croissance l'amas lamellaire dans lequel ils sont apparus.



Figure 55 : Microstructure en peau d'un barre filée à 720°C,  $v_{ref}/10$  et  $\lambda = \lambda_{ref}/1,3$ . Direction de mini-filage verticale.

Enfin, pour des températures encore plus faibles ( $685^{\circ}\text{C}$ ), on peut observer localement la formation de macles (voir **Figure 56**) ce qui est cohérent avec les observations de Vanderesse [VAN 08]. A noter néanmoins que ces observations restent assez rares.

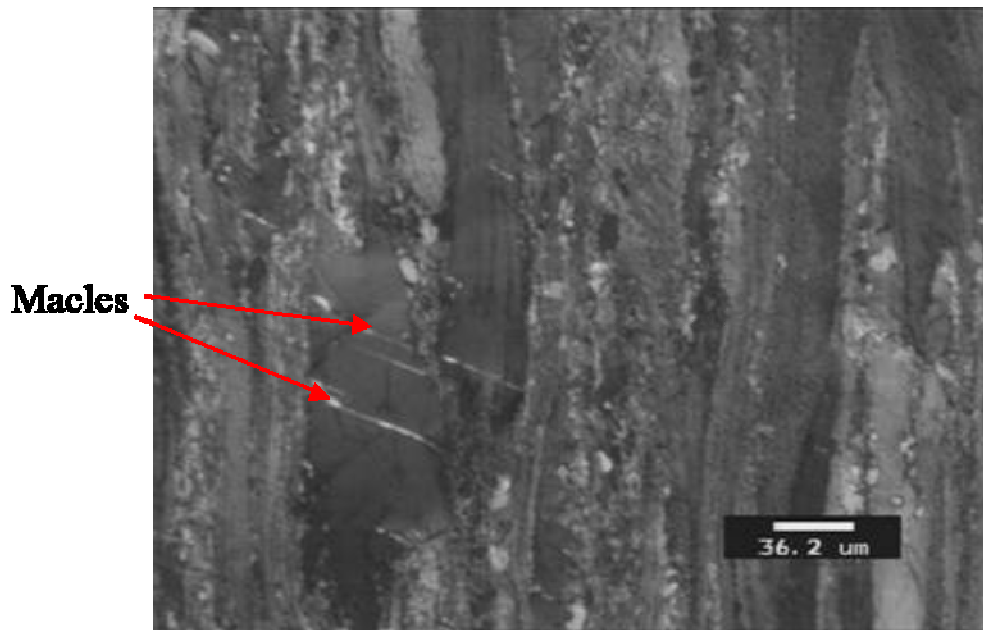


Figure 56 : Microstructure en peau de barre filée à  $685^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{\text{ref}}/10$  et  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ . Direction de mini-filage verticale.

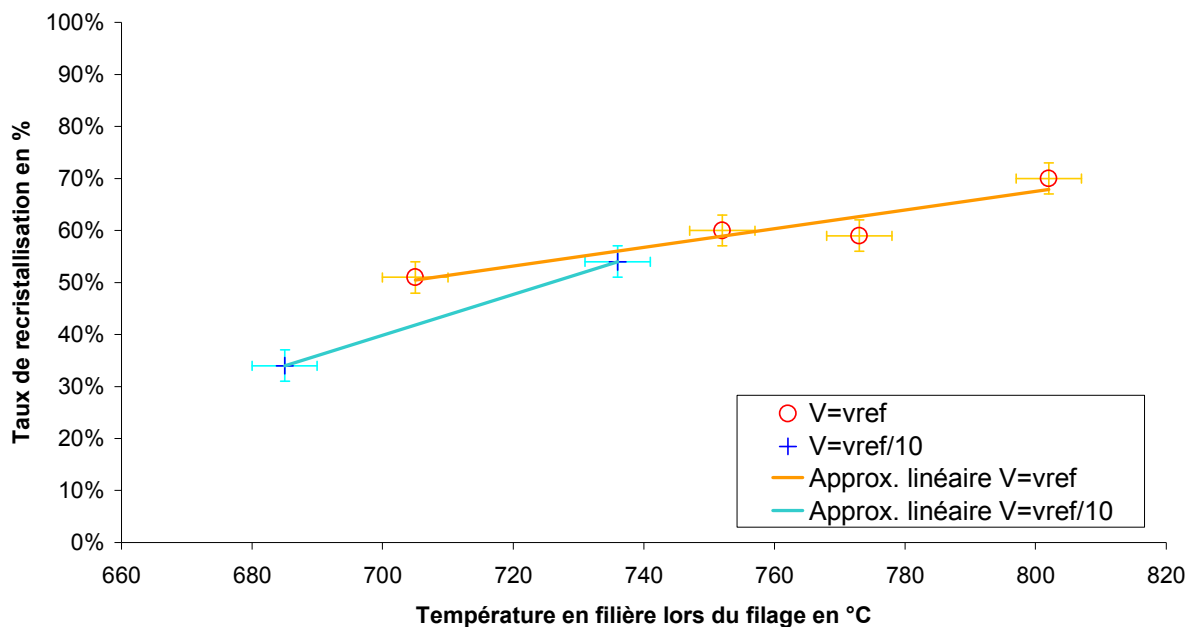


Figure 57 : Influence des conditions de filage sur le taux de recristallisation à cœur pour un filage de rapport  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ .

L'observation de l'influence des conditions thermomécaniques sur le taux de recristallisation montre une tendance à l'augmentation avec la température de déformation (voir **Figure 57**). L'effet de la vitesse de filage sur le taux de recristallisation apparaît

également, mais semble assez faible. Cela s'explique partiellement par le fait que, comme la température de référence est la température max en filière, celle-ci dépend des effets d'auto-échauffement, donc de la vitesse de filage. Ainsi, température et vitesse sont deux paramètres couplés.

Le taux de recristallisation à cœur le long d'une barre filée à 773°C et  $v_{ref}$  n'est pas constant (voir **Figure 58**) : il est compris entre 50 et 60% en conditions nominales. Ces variations sont toutefois assez faibles compte tenu de l'écart type de ces mesures (voisin de 3 %). Néanmoins, on distingue :

- une augmentation sur les 3 premiers quarts de la barre : elle est probablement due à l'augmentation de température de la filière du fait de l'auto échauffement.
- Puis une chute du taux de recristallisation, alors que la température continue de monter. Ceci vient probablement du fait qu'en fin de filage la barre déformée se refroidit plus vite, car elle est éjectée tout de suite après mise en forme. En effet, le début de la barre reste dans une atmosphère confinée et une ambiance relativement chaude plus longtemps après déformation, du fait de la disposition même du banc de mini-filage.

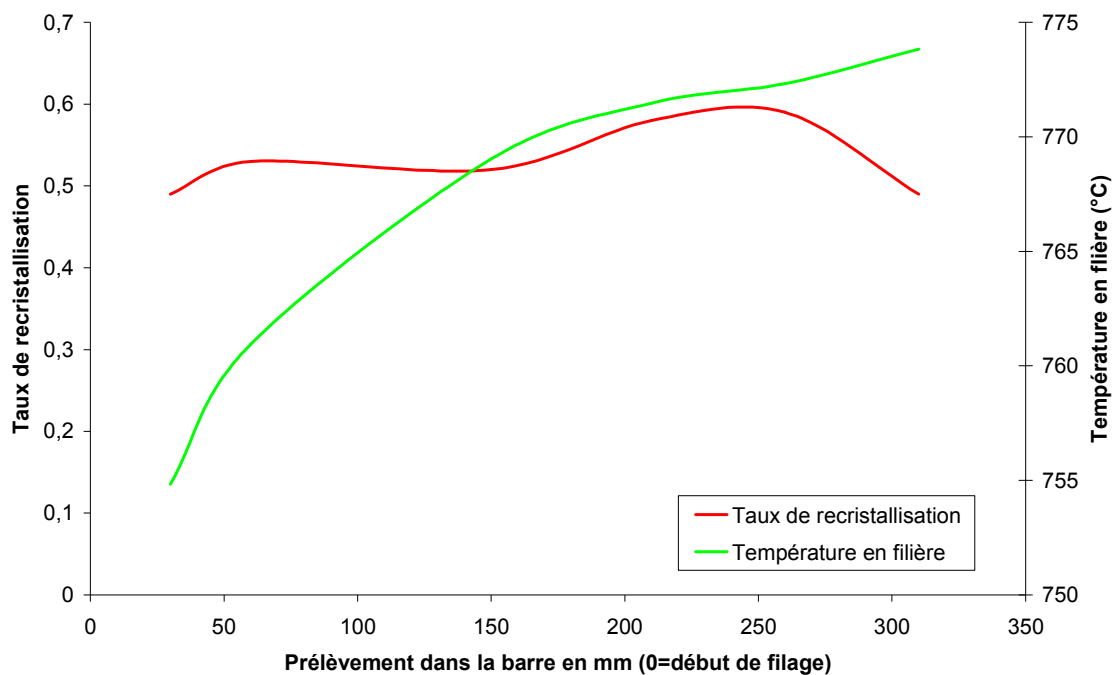


Figure 58 : Evolution du taux de recristallisation le long d'une barre filée à 773°C,  $v_{ref}$  et

$$\lambda = \lambda_{ref}.$$

Le **Tableau 7** suivant récapitule les données quantitatives obtenues sur des barres brutes de mini-filage. La comparaison des deux dernières lignes permet de préciser l'effet du taux de réduction : sans surprise, on observe que plus la déformation est importante plus le taux de recristallisation est grand.

nom de l'essai	Taux de réduction	V (mm/s)	Température de filière (°C)	épaisseur initiale lamelles (microns)	zone de prélèvement	% RX
C01_3	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	705	4	cœur	51,0%
C01_5	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	752	4	cœur	60,0%
C01_4	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	773	4	cœur	59,0%
C01_2	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	802	4	cœur	70,0%
C01_6	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	685	4	cœur	34,0%
C01_7	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	736	7	cœur	54,0%
C01_1_2	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}/10$	720	7	cœur	41,1%

Tableau 7 : Taux de recristallisation sur barres mini filées (structure  $\beta$  trempée).

### III.1.2.2. Etat initial : laminé à chaud.

Après filage, les microstructures présentent des caractéristiques similaires à celles des échantillons filés après trempe (voir **Figure 59**). On retrouve des gros grains allongés et de petits grains équiaxes autour. Ces grains allongés sont en fait les grains initialement équiaxes qui ont été étirés durant la déformation, mais qui ne se sont pas fragmentés. Les petits grains semblent être issus d'une fragmentation par recristallisation dynamique continue de la même façon que dans le cas d'une structure  $\beta$ -trempée.

La température de filage semble avoir un même effet sur la croissance de grain que pour les structures  $\beta$ -trempées.

Toutefois, comme la morphologie des grains initiaux et des grains recristallisés est très proche, il est difficile de les différencier, c'est pourquoi aucune quantification de la recristallisation n'a été faite pour ce type de microstructure initiale.



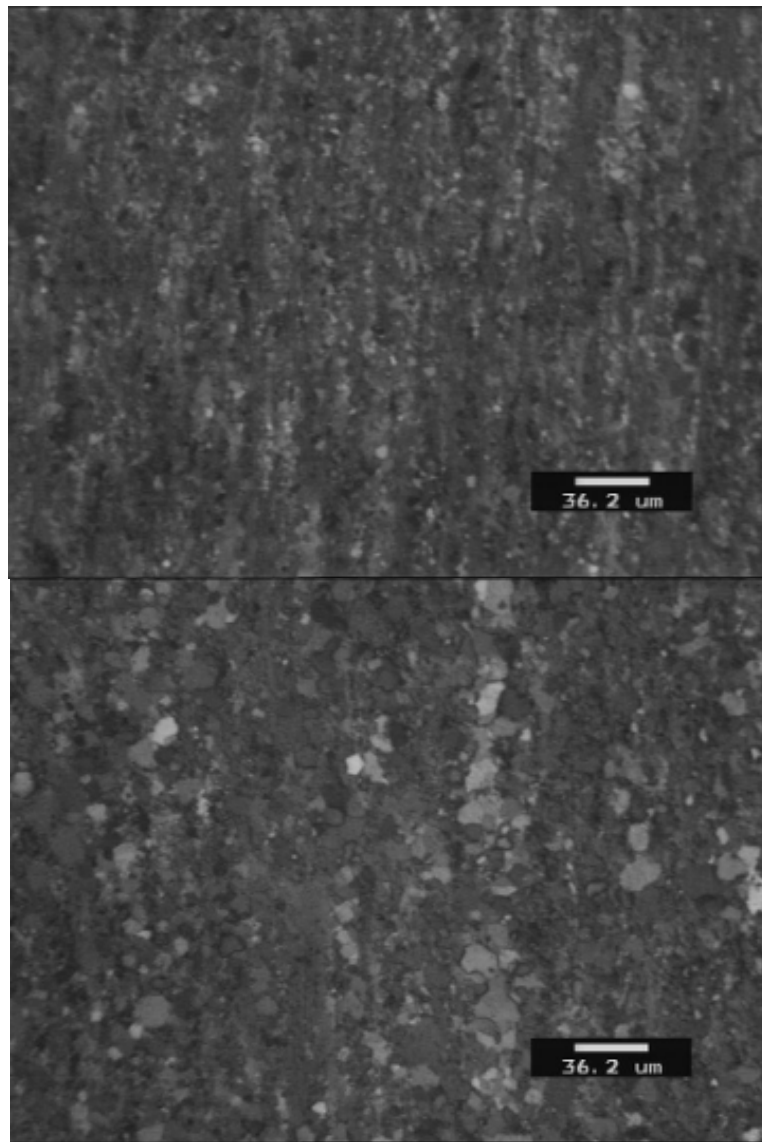


Figure 59 : Microstructure en peau de barres filées à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , à 678°C (en haut) et 742°C (en bas). Sens de mini-filage vertical (structure initiale équiaxe).

### ***III.1.3. Essais de mini-filage interrompus : étude du cône de filage.***

La réalisation de tels essais a pour objectif d'observer l'évolution de microstructure au cours de la déformation directement dans le cône de filage en stoppant l'opération en cours brutalement.

#### **III.1.3.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .**

Trois extractions ont été réalisées, mais aucune dans les conditions thermiques idéalement souhaitées, car il y a eu un maintien en température trop long après arrêt du filage. En effet, nous souhaitons observer une structure figée, telle qu'elle peut l'être lorsqu'elle évolue dynamiquement dans le cône de filage et le temps non négligeable (de 1 à 2 min, voir

II.1.2.3) que prend l'extraction permet une croissance de grain en conditions métadynamiques.

Tout d'abord, sur la macrographie présentée en **Figure 60**, on voit nettement le passage, au cœur de la filière, d'une structure  $\beta$ -trempee (ici ce sont les ex grains  $\beta$  que l'on voit) à une structure très fibrée dans le sens du filage.

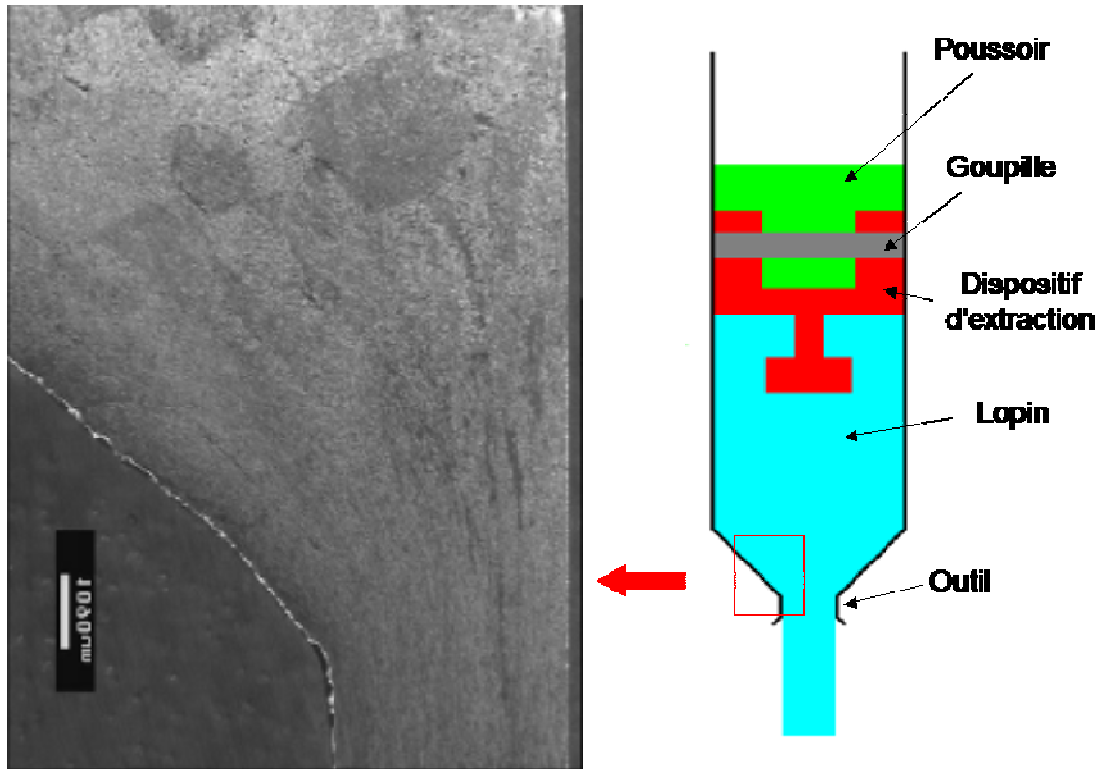


Figure 60 : Macrographie du cône extrait. Direction du mini-filage du haut vers le bas [BOU 07].

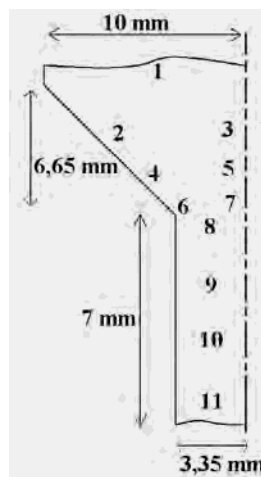


Figure 61 : Carte des prises de vues sur le l'ébauche extraite.

Voici en **Figure 61** une carte des différentes micrographies optiques prises sur l'échantillon, avec leur numérotation. A noter qu'il s'agit d'un mini-filage en conditions nominales : consigne de four de 750°C, vitesse du poussoir de  $v_{ref}$  et rapport de filage  $\lambda_{ref}$ .

Tout d'abord en 1 on retrouve bien la structure de trempe, ce qui montre qu'elle n'a pas évolué pendant le chauffage de la billette (voir **Figure 62**).

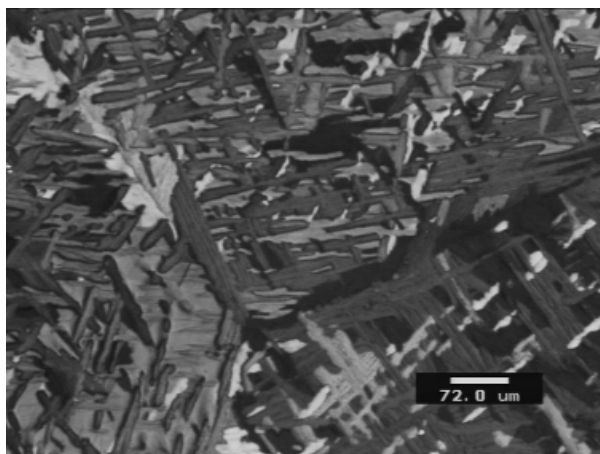


Figure 62 : Micrographie zone 1.

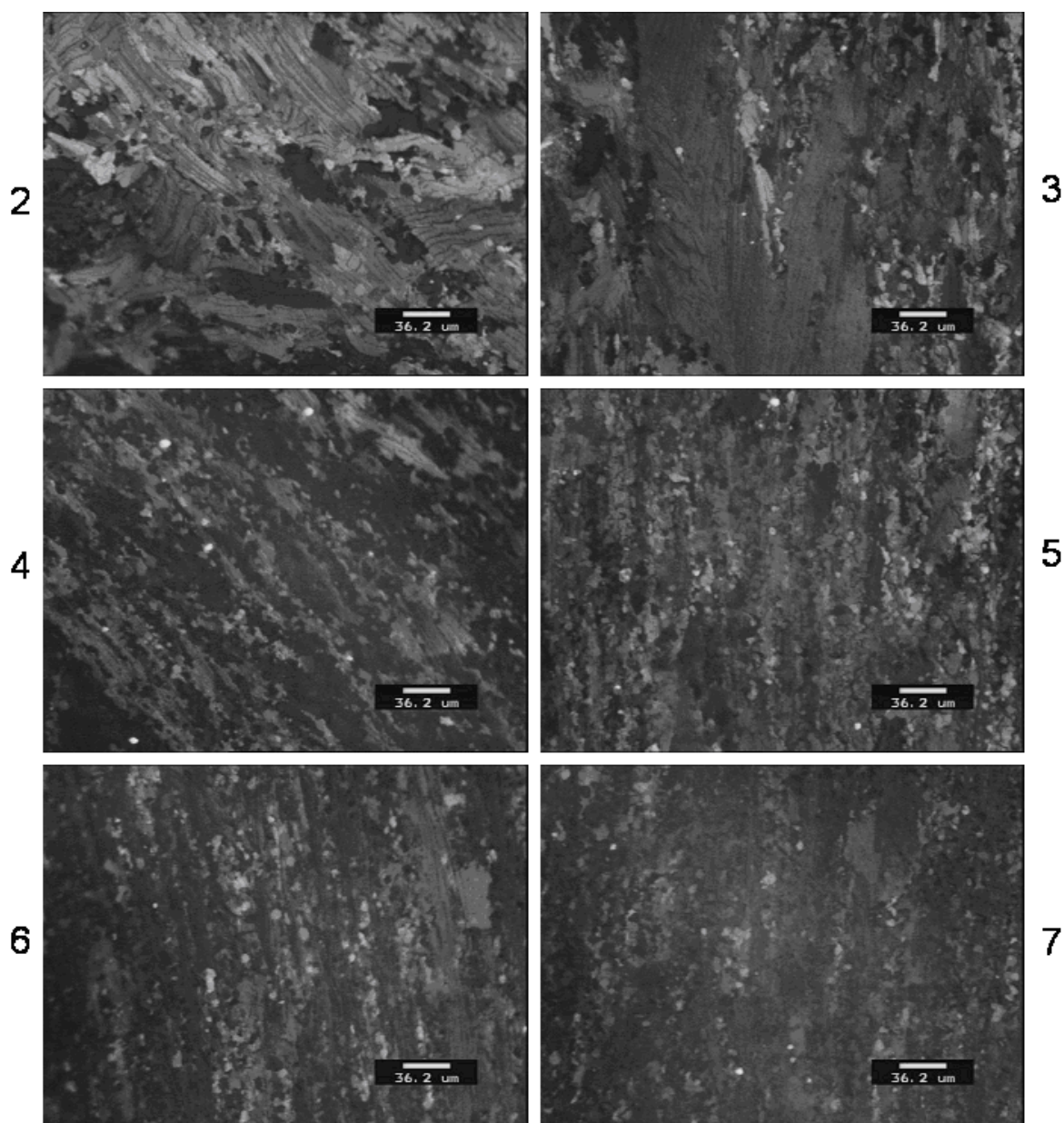


Figure 63 : Micrographies des zones 2 à 7. Sens de mini-filage vertical.

En **Figure 63**, sur les micrographies des zones 2 à 7, on peut observer l'évolution de la microstructure dans la filière (attention : l'échantillon a subi un maintien en température après l'arrêt du filage). Les mécanismes sont les suivants :

- En 2 et 3, les lamelles qui ne sont pas orientées dans le sens du fibrage se déforment et commencent à se fragmenter.
- En 4 et 5, il n'y a plus que des lamelles dans le sens du filage et la fragmentation se poursuit.
- En 7, l'évolution depuis 5 est faible, car les lamelles résiduelles (non fragmentées) sont dans le sens du fibrage et se fragmentent difficilement.
- En 6, la matière doit changer de direction, ce qui provoque une deuxième réorientation des lamelles, et donc une autre vague de fragmentation.

Les résultats de simulations numériques éléments fini (voir 4.1) permettent d'estimer que la zone où débute la fragmentation de la structure correspond à une déformation voisine de 0,7.

En **Figure 64**, on observe une évolution progressive des microstructures alors que la déformation n'évolue plus après le passage de la filière.

- En micrographie 8 la structure lamellaire est encore très présente malgré l'apparition de petits grains.
- En 11 la structure lamellaire semble avoir été complètement effacée par la croissance des germes issus de la fragmentation de la structure (effets métadynamiques dus au maintien en température durant l'extraction).
- Les structures des micrographies 9 et 10 sont intermédiaires entre 8 et 11.

Les principaux paramètres influant sur la croissance de grain sont la température et la vitesse de déformation.

L'avancée du grain de poussée a été stoppée durant environ 1 à 2 minutes avant l'extraction du lopin (voir II.1.2.3). Durant cette période, les zones 8 et 11 peuvent avoir subi une histoire thermique différente puisque la zone 11 se trouve alors après la portée et peut ainsi se refroidir plus rapidement. Par contre, après l'extraction, les 2 zones se trouvent exposées aux mêmes conditions thermiques. Donc les différences thermiques ne concernent que la phase où l'ébauche est arrêtée dans les outils ; mais l'effet final de ces différences thermiques est l'inverse de celui de nos autres observations. En effet, si la zone 8 est plus chaude que la zone 11, la croissance de grains devrait y être plus rapide. L'histoire thermique n'explique donc pas les différences de microstructure observées.

Il existe toutefois une autre différence de sollicitation entre ces deux zones, et qui n'est pas thermique : durant l'arrêt de la traverse de la machine de compression, on observe une chute de force qui correspond au fluage visqueux du métal induit par la recouvrance du cépage élastique des différents éléments du banc d'essai (voir **Figure 65**).

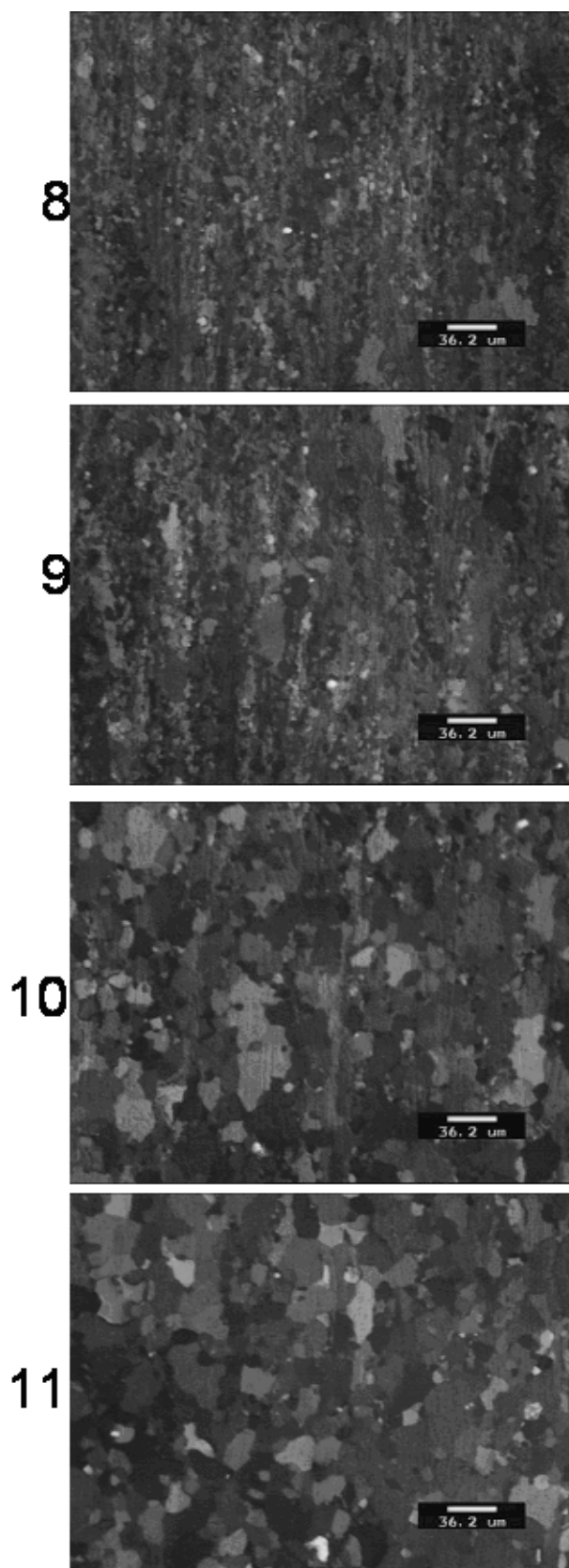


Figure 64 : Micrographies zone 8 à 11. Sens de mini-filage vertical.

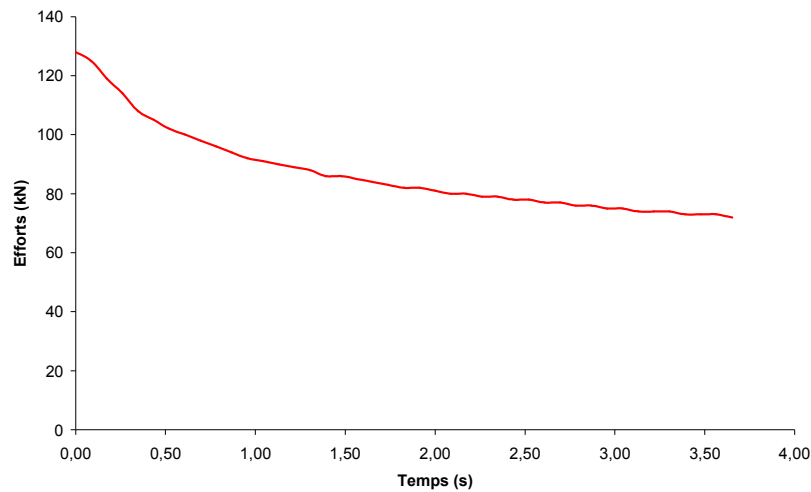


Figure 65 : Evolution de la force à l'arrêt de la traverse de la machine de compression.

La raideur élastique  $C$  du banc a été estimée (voir chapitre II) à 79 kN/mm. Il s'agit de la raideur équivalente du montage et des colonnes de la presse. Ainsi, à partir de la connaissance des déplacements mesurés et des forces, il est possible remonter au déplacement réel du poussoir par rapport au conteneur de la manière suivante :

$$x_{reel} = x_{mesure} - \frac{F}{C} \quad (\text{Équation 69})$$

Donc, à partir de la courbe de force de la **Figure 65** correspondant à l'arrêt de la traverse ( $dx_{mesure}/dt=0$ ), il est possible de calculer le déplacement du grain de poussée dans le conteneur et estimer sa vitesse par dérivation numérique par rapport au temps (voir **Figure 66**).

$$V_{reel} = -\frac{1}{C} \frac{dF}{dt} \quad (\text{Équation 70})$$

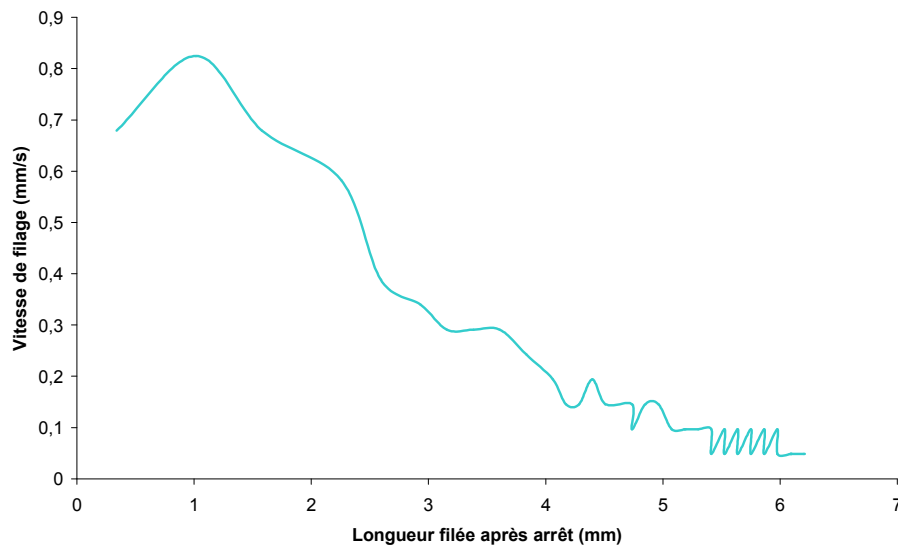


Figure 66 : Vitesse de filage après arrêt de la machine.

Cette vitesse décroît à partir d'une valeur initiale proche de la valeur de la vitesse nominale de filage  $v_{ref}$ , ce qui confirme l'estimation de la raideur élastique du montage. Durant les 4 premières secondes de la phase d'attente, il sort environ 6 mm de barre supplémentaire et la vitesse de filage baisse d'un facteur 10 environ. La zone 8 a donc été déformée à une vitesse de déformation au moins 10 fois inférieure à celle subie par la zone 11. Compte tenu du long maintien en température subi par le métal, la vitesse de déformation peut jouer un rôle important sur la croissance de grain métadynamique. Ainsi, la différence entre les micrographies 8 et 11 semble être d'origine mécanique et non thermique.

A noter que la longueur maximale (borne supérieure) de barre formée après l'arrêt de la presse correspondrait à une recouvrance totale de la déformation élastique de l'outillage soit  $\Delta L = \lambda F_0 / C_e = 14,5$  mm.

### III.1.3.2. Etat initial : laminé à chaud.

Voici tout d'abord la cartographie des micrographies effectuées (voir **Figure 67**).

La durée de l'extraction n'a pas été mesurée, néanmoins, il est probable que le temps d'extraction soit similaire au cas présenté précédemment.

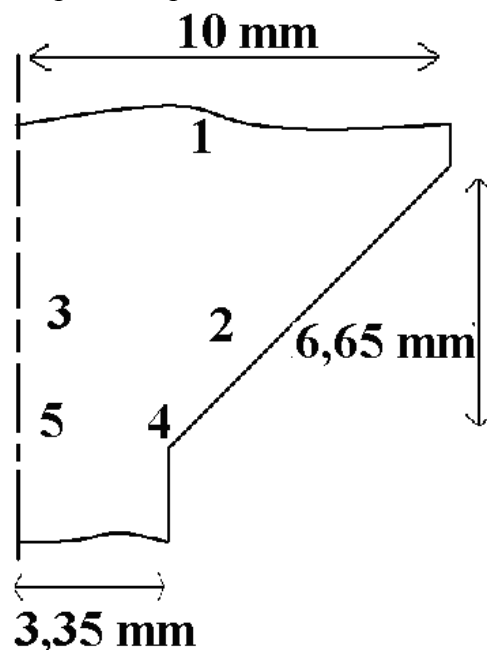


Figure 67 : Carte des prises de vues sur le lopin extrait.

En zone 1 on retrouve la structure équiaxe de départ qui n'a pas évolué (voir **Figure 68**).

L'évolution de la microstructure en filière (voir **Figure 69**) nous montre, comme dans le cas du cône extrait réalisé à partir de Zircaloy-4 trempé- $\beta$ , un fibrage et une fragmentation progressive.



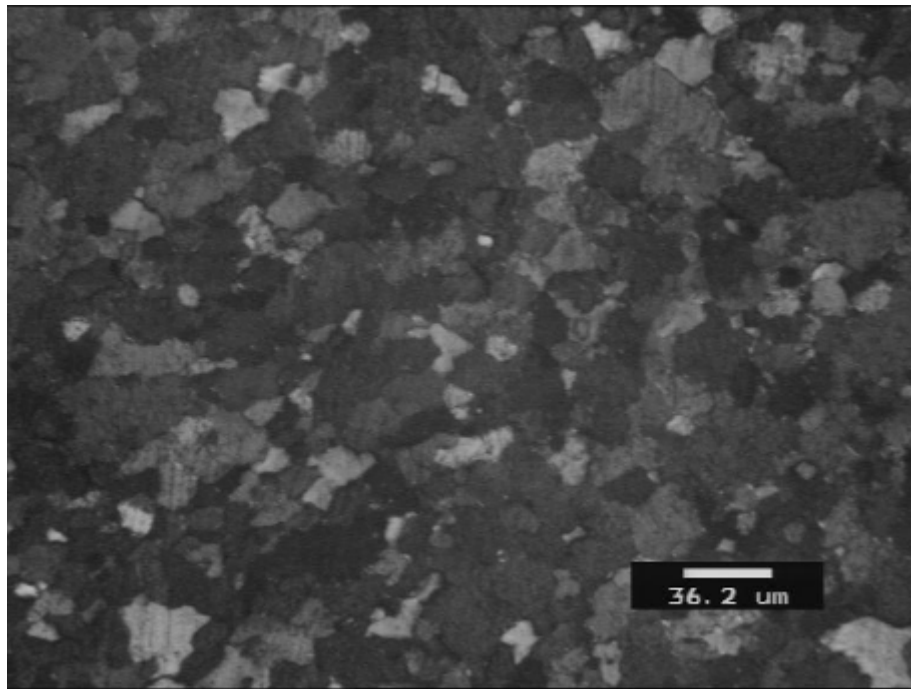


Figure 68 : Micrographie en zone 1.

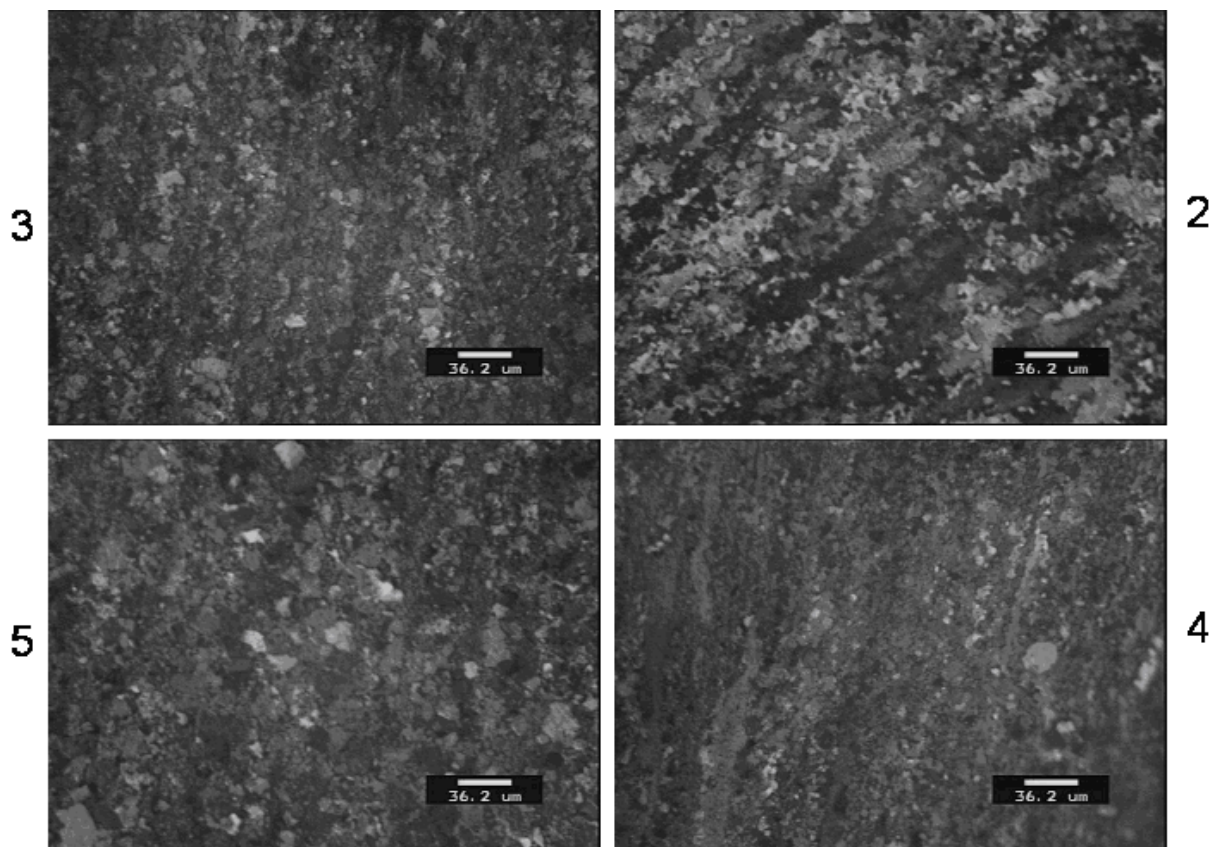


Figure 69 : Micrographies des zones 2 à 5.

La comparaison des microstructures des **Figure 69** et **Figure 63** soulève de nombreuses questions à propos des tailles de grains au niveau de la portée.



- Pour une structure équiaxe (**Figure 69**), les grains en peau (zone 4) sont beaucoup plus petits qu'à cœur (zone 5) alors que, pour une structure  $\beta$ -trempée (**Figure 63**), les tailles de grain sont comparables (zones 6 & 7).
- Les grains sont plus gros à cœur dans le cas du filage d'une structure équiaxe (zone 5 **Figure 69**) que dans le cas du filage d'une structure  $\beta$ -trempée (zone 7 **Figure 63**).
- En peau (zone 4 **Figure 69**), les grains sont plus petits que pour une structure  $\beta$ -trempée (zone 6 **Figure 63**).

Les différences entre les microstructures à **cœur** issues de deux états initiaux différents peuvent s'expliquer de plusieurs manières :

- La croissance de grain est ralentie par les joints de grains de la structure initiale du fait de la présence de précipités intermétalliques aux joints de lamelles. Comme dans certains cas certaines lamelles de la structure  $\beta$ -trempée sont plus fines que les grains de la structure équiaxe étudiée dans ce chapitre (cela dépend en effet de la vitesse de trempe du métal), cela génèrerait au final des grains plus petits dans la barre filée issue de la trempe.
- Les conditions de refroidissement de ces 2 échantillons ne sont pas parfaitement connues et peuvent être différentes. Ainsi, il se peut qu'un plus long maintien en température explique les plus gros grains.

Cependant, ces hypothèses vont à l'encontre des observations faites en peau.

Ainsi, l'explication de l'ensemble des observations pourrait être la suivante :

(1) La recristallisation dynamique continue génère plus de germes dans une structure équiaxe que dans une structure trempée, donc des grains plus petits après croissance primaire. Ceci a, de plus, une conséquence, en accord avec l'expérience : la recristallisation continue étant plus efficace, on devrait stocker moins d'énergie, et donc abaisser la contrainte d'écoulement et les efforts.

(2) L'incertitude sur le temps de traitement thermique expliquerait à elle seule le résultat à cœur. En effet, supposant que le nombre de germes à cœur est nettement moins grand qu'en peau, cela peut avoir pour effet qu'un temps de traitement thermique plus long permet d'avoir une taille de grain qui augmente à cœur mais peu en peau car en peau, avec davantage de germes, la phase de croissance primaire est courte et ensuite, pure croissance secondaire, la taille de grain évolue beaucoup plus lentement (voir conclusions au III.1.4.2).

### ***III.1.4. Effet d'un traitement thermique après filage.***

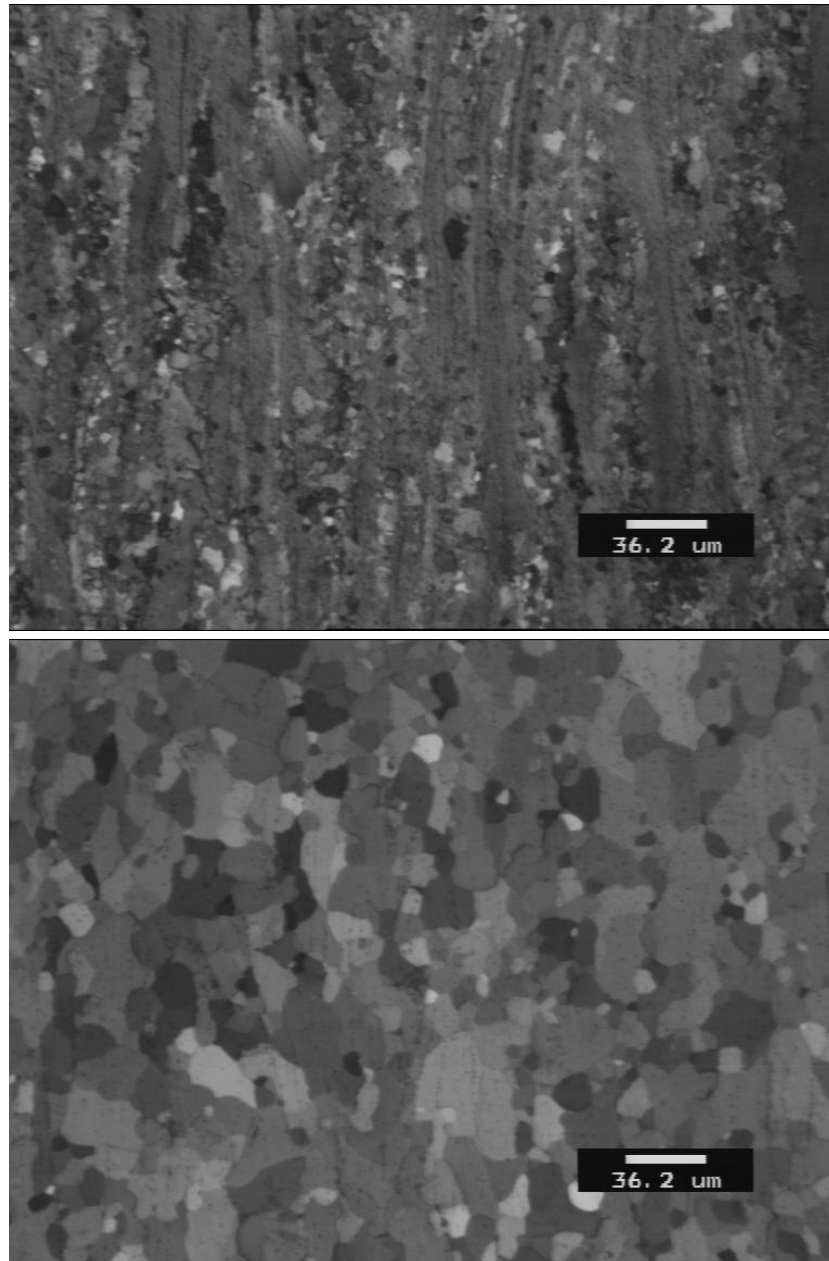
#### ***III.1.4.1. Ex situ.***

##### ***III.1.4.1.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .***

Les résultats précédents montraient que la croissance de grain est très rapide après mini-filage autour de 750°C. Ce résultat est confirmé par le fait qu'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C pratiqué sur une barre filée induit une recristallisation quasi complète, avec

des tailles de grain beaucoup plus importantes puisque celles-ci peuvent atteindre des valeurs comprises entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  (voir **Figure 70**).

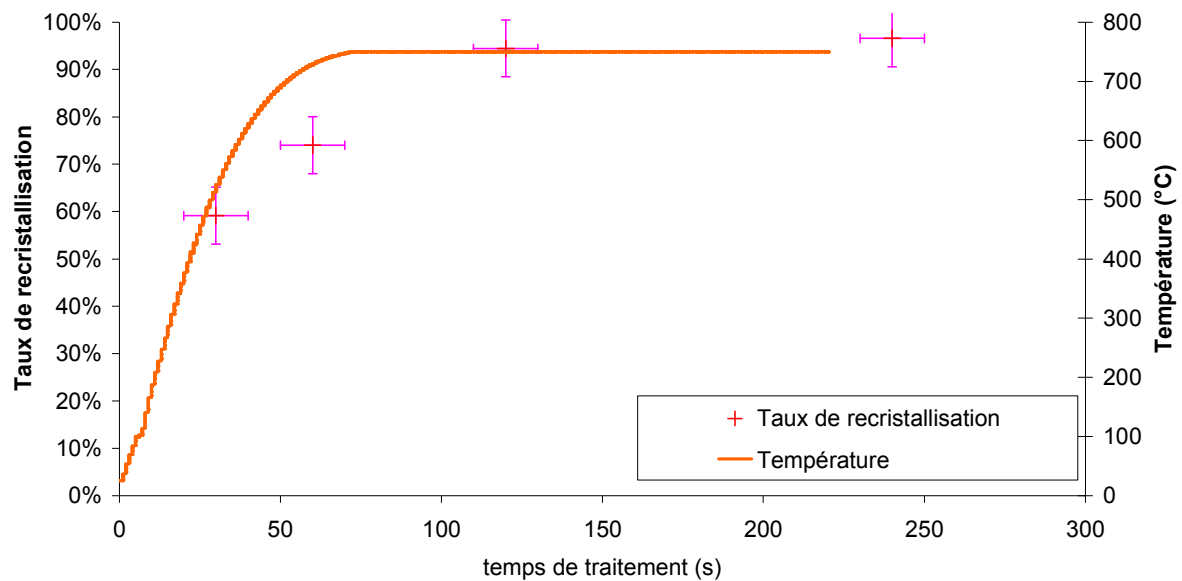
Une telle rapidité des évolutions métadynamiques peut expliquer le fait que plus aucun amas lamellaire présentant des bandes de cisaillement n'est observable après traitement thermique, car tous les grains fragmentés présents à l'intérieur ont dû croître au point d'effacer complètement l'amas auxquelles ils appartiennent. Ceci prouve par ailleurs que dans ces amas fragmentés par des bandes de cisaillement, le niveau d'énergie stocké est plutôt important.



*Figure 70 : Microstructure à cœur de barres filées à 752°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , sans TTH (en haut) et avec TTH 5 min. à 750°C (en bas).*

A noter qu'au cours du traitement thermique, la température évolue significativement durant 1 min environ (montée quasi-linéaire à 18°C/s environ), et qu'on observe une évolution du taux de recristallisation qui dépend en grande partie de ce que l'échantillon a

atteint la température de consigne ou non (voir **Figure 71**). Sur la **Figure 71**, on peut même conclure qu'en première approximation, c'est la température atteinte au cours du traitement qui détermine le taux final de recristallisation, alors que l'effet du temps de maintien semble du second ordre. Ceci est un effet de la valeur assez faible de la vitesse de montée en température et de la forte valeur de la température de traitement thermique : l'évolution de la microstructure est suffisamment rapide pour s'ajuster en fonction de la valeur courante de la température, point qui sera confirmé par les observations EBSD sur platine chauffante (voir III.1.4.2).



*Figure 71 : Influence du temps de traitement thermique à 750°C sur le taux de recristallisation sur une barre filée à 730°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Prélèvement à cœur.*

Il est aussi intéressant de voir qu'un traitement thermique permet de révéler un effet de la vitesse de filage, donc de la vitesse de déformation. En effet, on peut voir en **Figure 72** qu'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C sur des échantillons de barres filées à  $v_{ref}$  à diverses températures conduit systématiquement à une recristallisation complète quelle que soit la température de mini-filage dans la plage 700°C – 800°C, alors que pour des mini-filages à  $v_{ref}/10$  la recristallisation n'est pas complète après le même traitement thermique. Ainsi la différence d'énergie stockée entre un cas et l'autre a un effet sur le nombre de germes de recristallisation et/ou leur croissance.

La température du traitement thermique influe naturellement sur le taux de recristallisation. En effet, on peut voir sur la **Figure 73** que pour des températures supérieures à 750°C la recristallisation dans une barre filée à  $v_{ref}$  est complète, mais pas pour les températures inférieures.

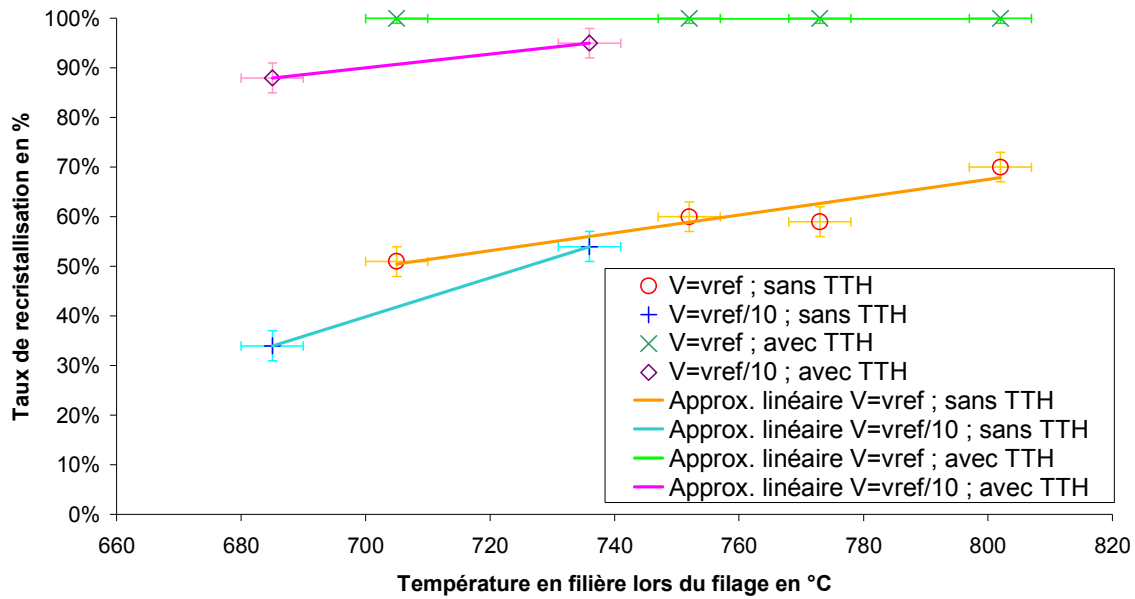


Figure 72 : Effet d'un traitement thermique de 5 min à 750°C sur le taux de recristallisation après mini-filage à diverses températures pour  $\lambda = \lambda_{ref}$  et deux vitesses de filage.

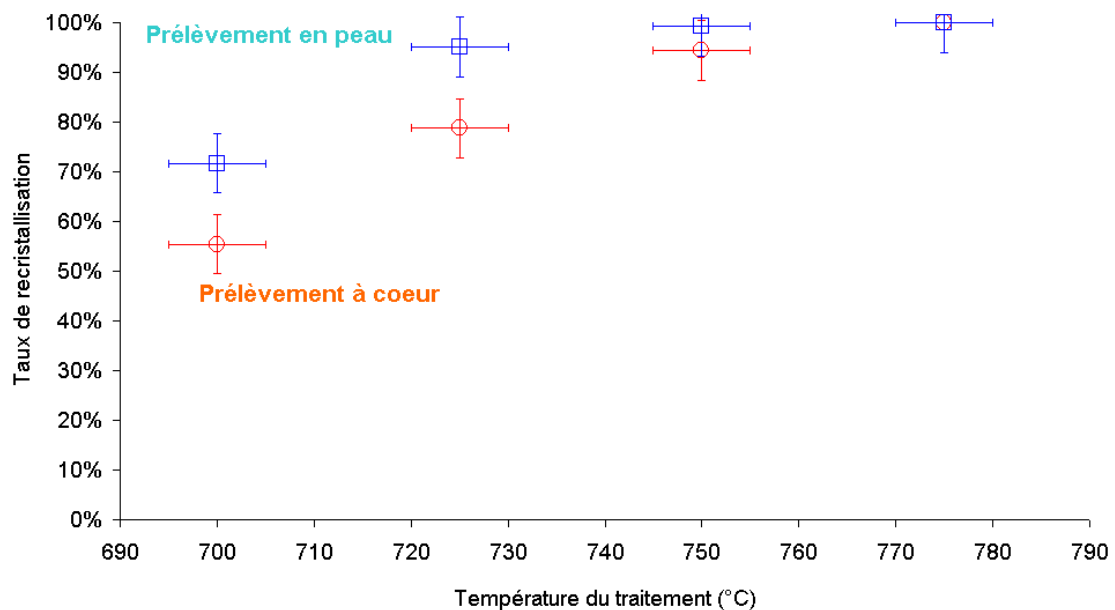
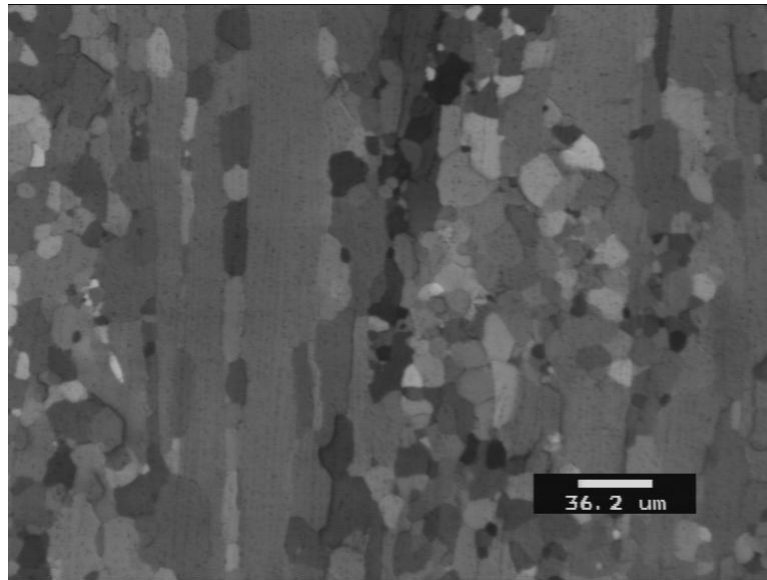


Figure 73 : Influence du prélèvement et de la température de traitement thermique sur le taux de recristallisation sur une barre filée à 730°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  et traité thermiquement pendant 2 minutes à différentes températures.

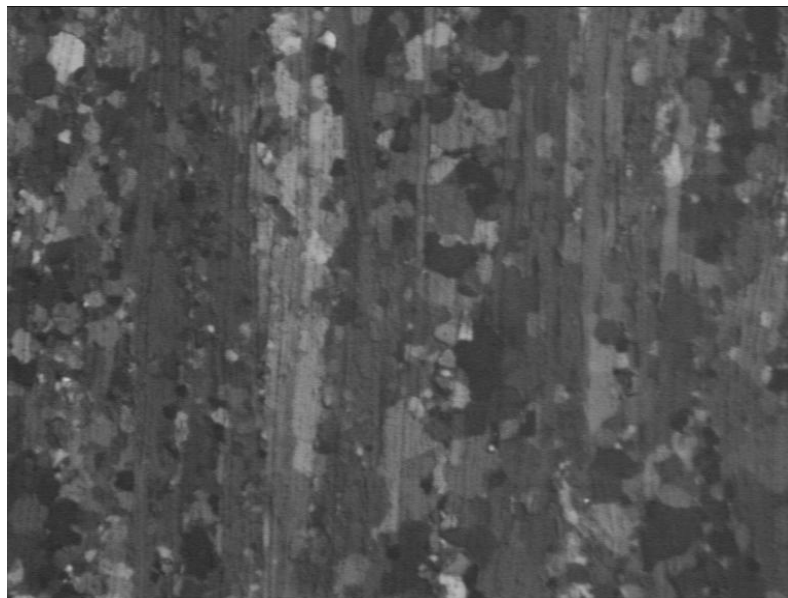
On notera aussi sur ce graphique l'influence de la zone de prélèvement sur le taux de recristallisation : le taux de recristallisation est supérieur en peau, phénomène très probablement dû au niveau de déformation final plus élevé en peau qu'au cœur de la barre filée.

NB : on montre à l'aide de simulation numérique éléments finis (voir IV.1) que lors d'un mini-filage à  $\lambda_{ref}$ , la déformation à cœur est de l'ordre de 2,2 alors qu'elle peut dépasser 3 à proximité de la peau de la barre.

Néanmoins, les microstructures obtenues après traitements thermiques restent très hétérogènes. En effet, même après un traitement thermique de 5 minutes à 750°C sur une barre filée dans des conditions proches des conditions nominales de filage (voir **Figure 74**), on observe toujours des amas lamellaires non fragmentés.



*Figure 74 : Microstructure à cœur de barres filées à 752°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , puis TTH de 5 min à 750°C.*



*Figure 75 : Microstructure à cœur de barres filées à 730°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , puis TTH de 8 min à 700°C.*

Ainsi, sur la micrographie de la **Figure 74** comme celle de la **Figure 75**, on peut assimiler les microstructures à des amas de plusieurs lamelles ou aiguilles alignées avec la

direction de filage, chacun de ces amas ayant des caractéristiques propres en termes de taille de grain ou de taux de recristallisation.

Enfin, le **Tableau 8** suivant synthétise tous les résultats obtenus sur des échantillons de barres mini-filées qui ont subi un traitement thermique.

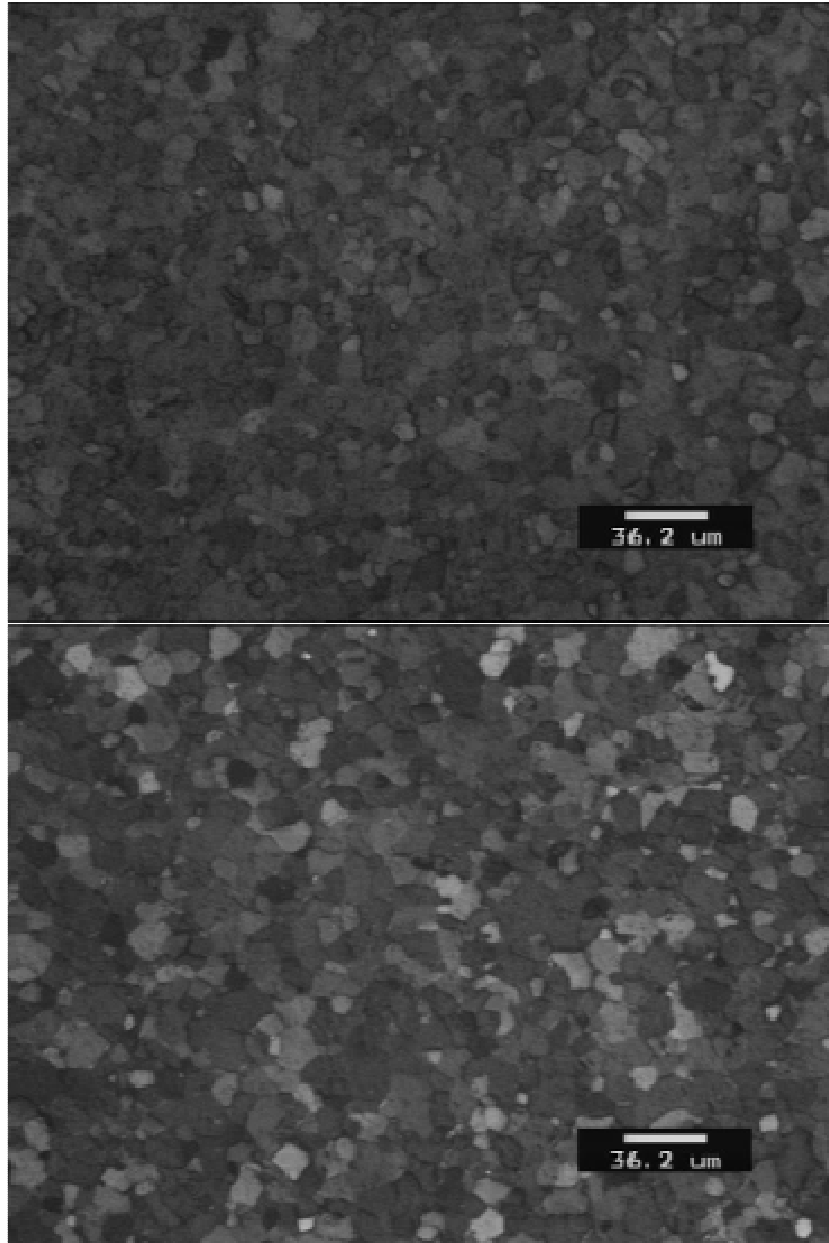
Nom de l'essai	Taux de réduction	V (mm/s)	Température de filière (°C)	épaisseur initiale lamelles (microns)	Température du traitement thermique (°C)	Durée du traitement thermique (s)	zone de prélèvement	% RX	Taille de grain (μm)
C01_1_1	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}/10$	720	7	750	240	coeur	91,3%	
C01_1_3	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}/10$	720	7	700	480	coeur	64,3%	
C01_2	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	802	4	750	300	coeur	100,0%	
C01_3	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	705	4	750	300	coeur	100,0%	
C01_3_1	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	705	4	700	480	coeur	93,4%	
C01_4	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	773	4	750	300	coeur	100,0%	
C01_5	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	752	4	750	300	coeur	100,0%	1,05E+01
C01_6	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	685	4	750	300	coeur	88,0%	
C01_6_1	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	685	4	700	480	coeur	89,9%	
C01_7	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	735	7	750	300	coeur	95,0%	
C01_7_1	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}/10$	735	7	700	480	coeur	81,0%	
C03_8_1	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	750	240	coeur	96,6%	
C03_8_2	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	750	120	coeur	94,5%	
C03_8_2	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	750	120	peau	99,3%	
C03_8_3	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	775	120	coeur	100,0%	
C03_8_3	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	775	120	peau	100,0%	
C03_8_4	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	750	30	coeur	59,1%	
C03_8_5	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	750	60	coeur	74,0%	
C03_8_6	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	700	120	coeur	55,4%	
C03_8_6	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	700	120	peau	71,7%	
C03_8_7	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	725	120	coeur	78,7%	
C03_8_7	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	725	120	peau	95,1%	
C03_8_8	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	700	480	coeur	80,7%	
C03_8_8	$\lambda_{ref}$	$v_{ref}$	730	7	700	480	peau	94,3%	
C09_1_2	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}$	735	6	750	120	coeur	95,3%	1,34E+01
C09_2_2	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}$	722	9	750	120	coeur	97,9%	1,40E+01
C09_2_4	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}$	722	9	775	120	coeur	100,0%	
C09_3_2	$\lambda_{ref}/1,3$	$v_{ref}$	686	6	750	120	coeur	98,9%	1,18E+01

*Tableau 8 : Quantifications de recristallisation sur barres mini filées ayant subi un traitement thermique.*

Sur le **Tableau 8** ci-dessus sont aussi reportés les résultats de certaines mesures de tailles de grain. Malgré le peu de données disponibles il semble possible de dégager un effet du rapport de filage sur la taille de grain. En effet, il semble que plus la déformation subie par le matériau est importante, plus la taille de grain est faible. Cela pourrait s'expliquer par le fait que lorsque la déformation est plus faible, moins de germes capables de croître sont formés lors de la fragmentation de la structure lamellaire ; ainsi, lorsque ceux-ci ont crû au point de recouvrir l'ensemble du matériau, ils ont atteint une taille plus élevée avant de rencontrer un autre germe et de stopper leur croissance primaire.

#### III.1.4.1.2. Etat initial : laminé à chaud.

Comme pour le filage de lopins  $\beta$ -trempés, un traitement thermique de 5 minutes à 750°C génère des structures complètement recristallisées (voir **Figure 76**). Une différence de taille de grain entre des échantillons filés à faible et haute température subsiste après traitement thermique, mais de façon bien plus atténuée que celle observée avant traitement (voir **Figure 59**).



*Figure 76 : Microstructure à coeur de barres filées à  $v_{ref}$ , à 678°C (en haut) et 742°C (en bas) ayant subi un traitement thermique à 750°C durant 5 min. Sens de mini-filage vertical.*

*Structure initiale équiaxe.*

Contrairement au cas précédent des microstructures  $\beta$ -trempées, l'effet de la vitesse de filage n'a pas été analysé du fait de la difficulté à effectuer des quantifications. Cependant, les mécanismes sont vraisemblablement les mêmes : l'augmentation de la vitesse de déformation

permet de stocker plus de dislocations et ainsi favorise la germination et/ou la croissance des germes en évolution métadynamique.

#### III.1.4.2. In situ (dans un MEB).

Les résultats présentés ici ont été obtenus en utilisant le dispositif de platine chauffante (voir II.6) à l'intérieur même d'un microscope électronique à balayage. Ainsi, le suivi *in situ* des évolutions microstructurales d'une même zone a pu être fait. L'échantillon étudié est un prélèvement à cœur sur une barre de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  mini-filée à 685°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}/1,3$ . L'observation se fait selon une coupe longitudinale comme en microscopie optique. Le choix de cet échantillon est justifié par la volonté d'avoir, pour l'étude en platine chauffante, une microstructure peu recristallisée métadynamiquement (choix de la température) avec peu de grains fragmentés (choix du rapport de filage).

Les traitements successifs subis par l'échantillon sont les suivants :

- Traitement thermique 1 : 5 secondes à 750°C.
- Traitement thermique 2 : 5 secondes à 750°C.
- Traitement thermique 3 : 5 secondes à 750°C.
- Traitement thermique 4 : 10 secondes à 750°C.
- Traitement thermique 5 : 10 secondes à 750°C.
- Traitement thermique 6 : 20 secondes à 750°C.

A noter que les montées en température depuis 20°C sont linéaires et effectuées en 7 secondes. Ainsi, le temps passé à plus de 700°C, là où les évolutions métallurgiques peuvent être rapides, est inférieur à 1 seconde. De la même façon, même si le refroidissement jusqu'à 20°C dure près de 2 minutes, le temps nécessaire au passage en dessous de 700°C est de l'ordre de la seconde.

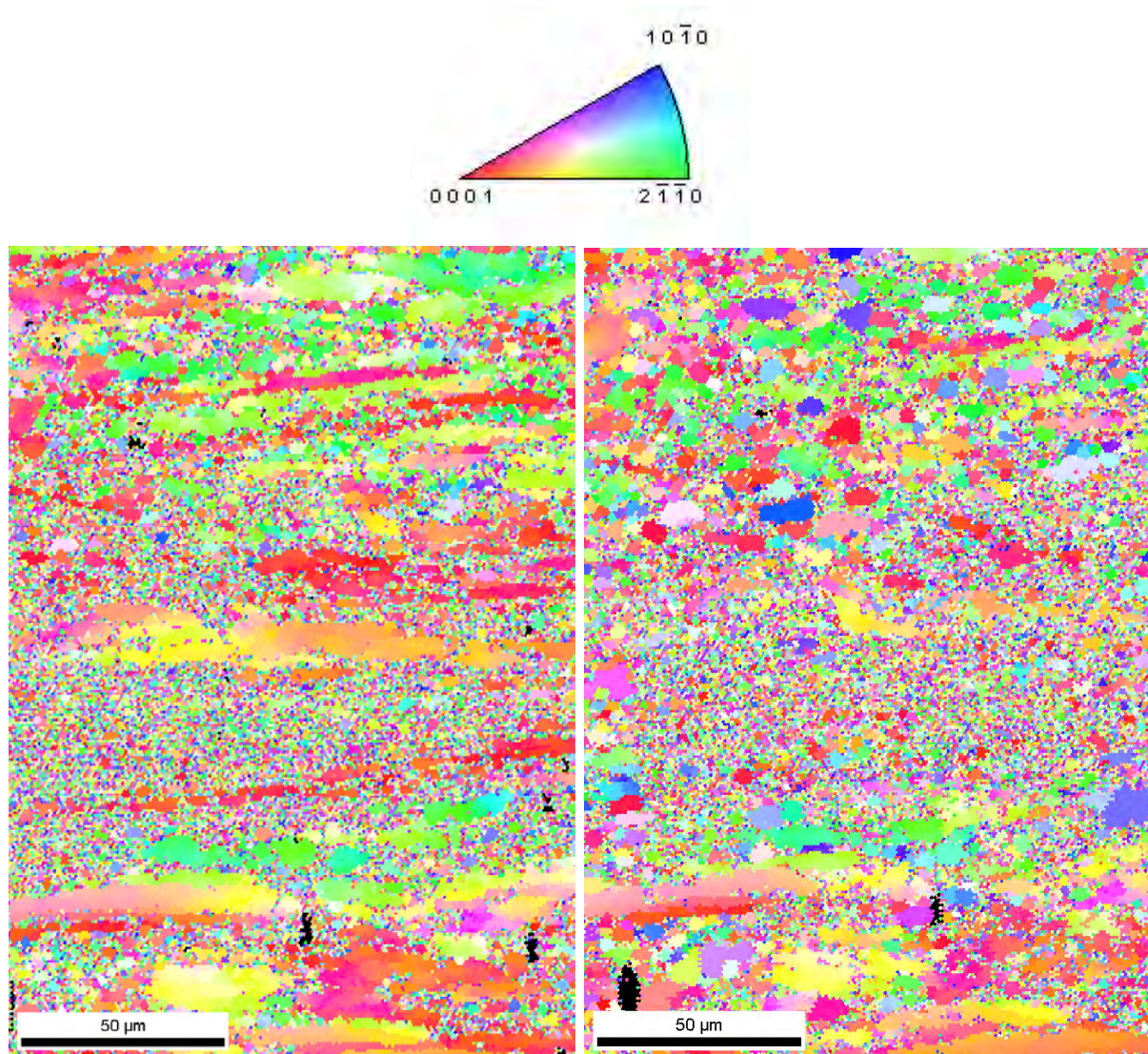
Le suivi des évolutions microstructurales a été fait en réalisant des cartes EBSD à température ambiante, après chacun des traitements thermiques 1 à 6.

Sur les **Figure 77** à **Figure 79** sont présentées les évolutions microstructurales de la zone étudiée.

L'état initial se caractérise par la présence d'amas lamellaires non fragmentés entourés probablement de petits grains dans des zones très déformées. Ces amas lamellaires présentent un moiré de couleur important. On observe ainsi, à l'intérieur des amas lamellaires, à la fois des variations brusques de teinte révélant la présence d'une sous structure, mais aussi des gradients continus d'orientation cristallographique. Hormis au niveau des amas lamellaires, il est très difficile d'obtenir un signal EBSD satisfaisant ce qui génère des zones tachetées très fines où rien n'est observable. Néanmoins, on peut supposer que dans ces zones, c'est la taille de grain très faible et l'écrouissage important qui empêchent la réalisation de cartes EBSD de bonne qualité. Ceci semble d'autant plus vrai qu'au fur et à mesure des traitements thermiques, il est plus facile d'obtenir des cartes satisfaisantes.



On observe sur les figures de pôles inverses que les axes c présentent soit des positions « relevées » (axes c dans la direction radiale) soit des positions « couchées » (axes c dans la direction orthoradiale) soit une orientation intermédiaire entre les deux. Ces observations correspondent bien avec celles de Logé [LOG 99].



*Figure 77 : Cartographie EBSD de la zone étudiée, à gauche l'état initial, à droite après le traitement 1 (les couleurs donnent l'orientation cristallographie de la normale au plan étudié, légende dans le triangle).*

Après le traitement 1, on observe l'apparition de nouveaux grains de formes équiaxes dont les orientations cristallographiques peuvent être très différentes de celles des amas lamellaires. Ces nouveaux grains, issus de la fragmentation de la structure lamellaire, continuent à croître de manière très rapide pendant les traitements 2 et 3. A la fin du traitement 3, toutes les surfaces sur lesquelles initialement aucun signal correct n'était obtenu sont recouvertes de grains équiaxes. La plupart des lamelles présentes à l'état initial le sont encore. En effet, dans les premiers stades de la recristallisation métadynamique, il semble que les grains fragmentés ne croissent qu'à l'intérieur de l'amas lamellaire dans lequel ils se sont



formés. Aussi, on observe à l'intérieur des amas lamellaires une légère réorganisation de la sous-structure par restauration mais pas au point de créer de nouveaux joints de grains. En effet, l'augmentation des désorientations des sous-joints à l'intérieur des amas lamellaires est à peine perceptible et doit ainsi être de l'ordre du degré.

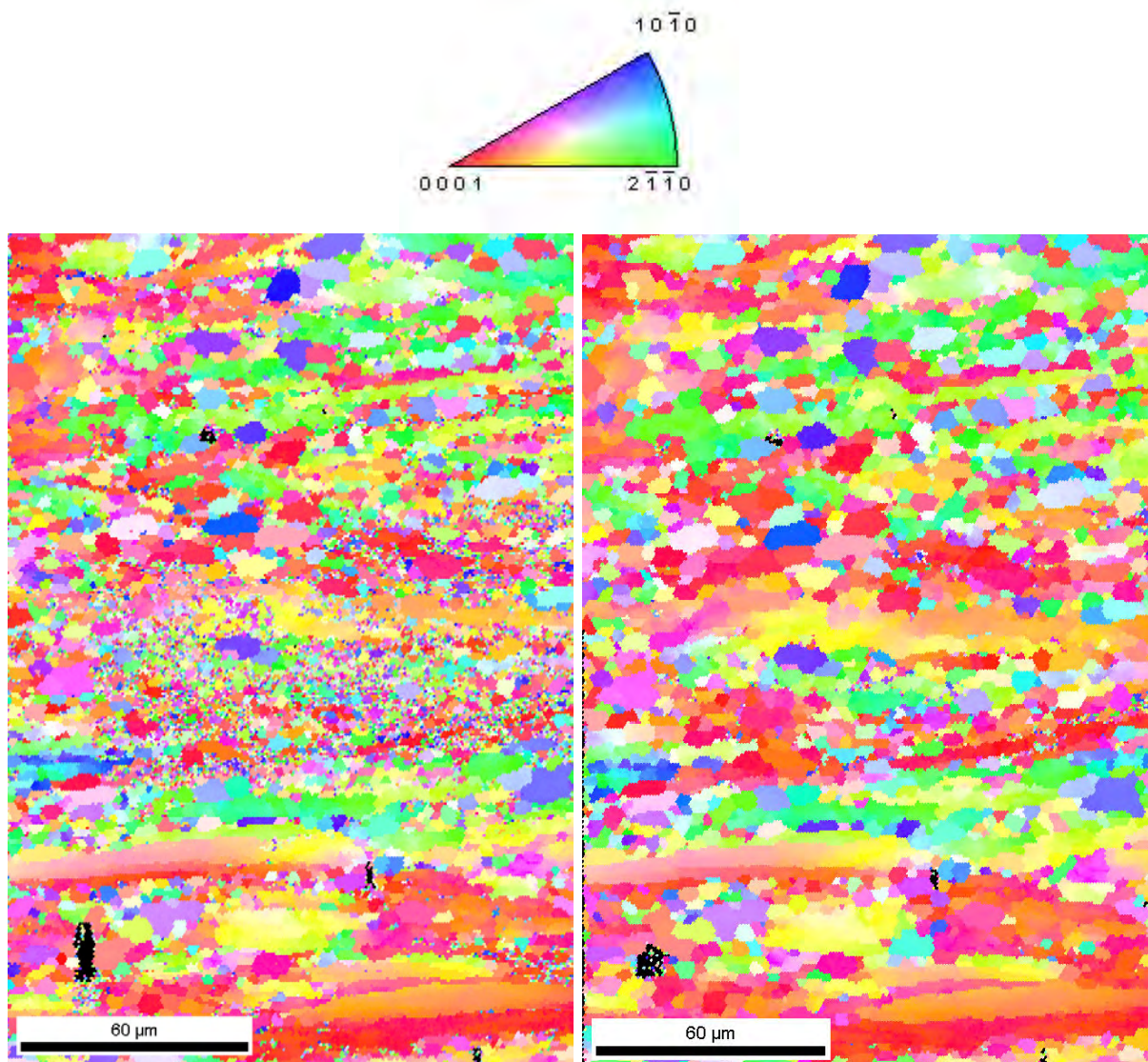


Figure 78 : Cartographie EBSD de la zone étudiée, à gauche après le traitement 2, à droite après le traitement 3 (les couleurs donnent l'orientation cristallographie de la normale au plan étudiée, légende dans le triangle).

Après le traitement 5 (**Figure 79**), il semble qu'il y ait peu d'évolution, ou que les évolutions soient beaucoup plus lentes. Les explications possibles sont : (a) les petits grains équiaxes ayant crû sur toutes les zones fortement écrouies, il reste peu d'écrouissage résiduel dans ces zones et donc la force motrice se résume à celle liée à la courbure des joints de grains ; (b) il ne reste plus qu'une faible énergie d'écrouissage disponible pour leur permettre de croître au détriment des amas lamellaires restants.

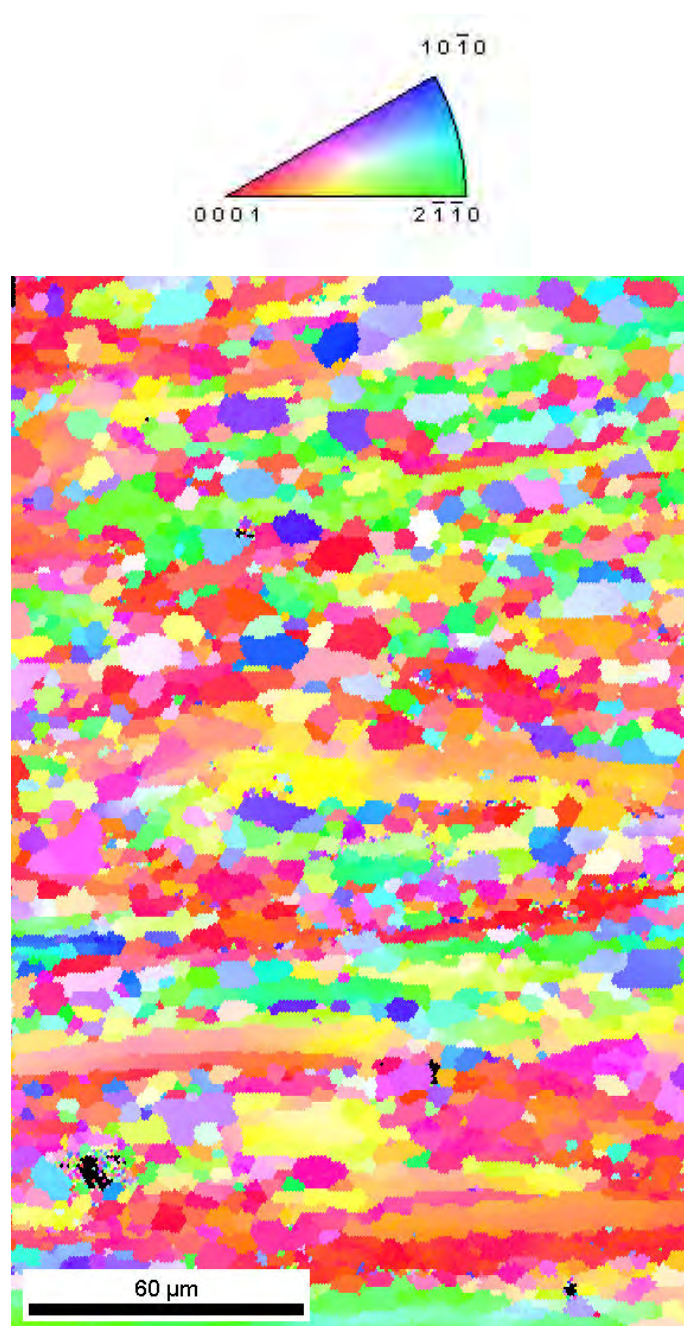


Figure 79 : Cartographie EBSD de la zone étudiée après le traitement 5 (les couleurs donnent l'orientation cristallographie de la normale au plan étudiée, légende dans le triangle).

Les mesures EBSD ont aussi été exploitées en termes de taille de grains. Sur le graphique de la **Figure 80** est présentée l'évolution de la distribution de la taille des grains équiaxes (rapport de forme  $>0,3$ ), en fonction des traitements thermiques imposés. On observe une hausse de la taille moyenne, évolution caractéristique des évolutions métadynamiques. On note aussi que les tailles de grains à la fin du traitement thermique 3 (équivalent à 15 secondes à  $750^{\circ}\text{C}$  en tout), au moment où les évolutions sont ralenties, présentent un maximum autour de  $6\text{ }\mu\text{m}$ . Après le traitement 3, on observe une évolution de la distribution de la taille de grain alors que sur les figures de pôles inverses présentées précédemment, il semble que la fraction recristallisée n'évolue quasiment plus. Cela semble



ainsi indiquer que l'on assiste au début du phénomène de croissance de grain (après la phase primaire guidée par l'écroutissage) dans les zones recristallisées après le traitement 3.

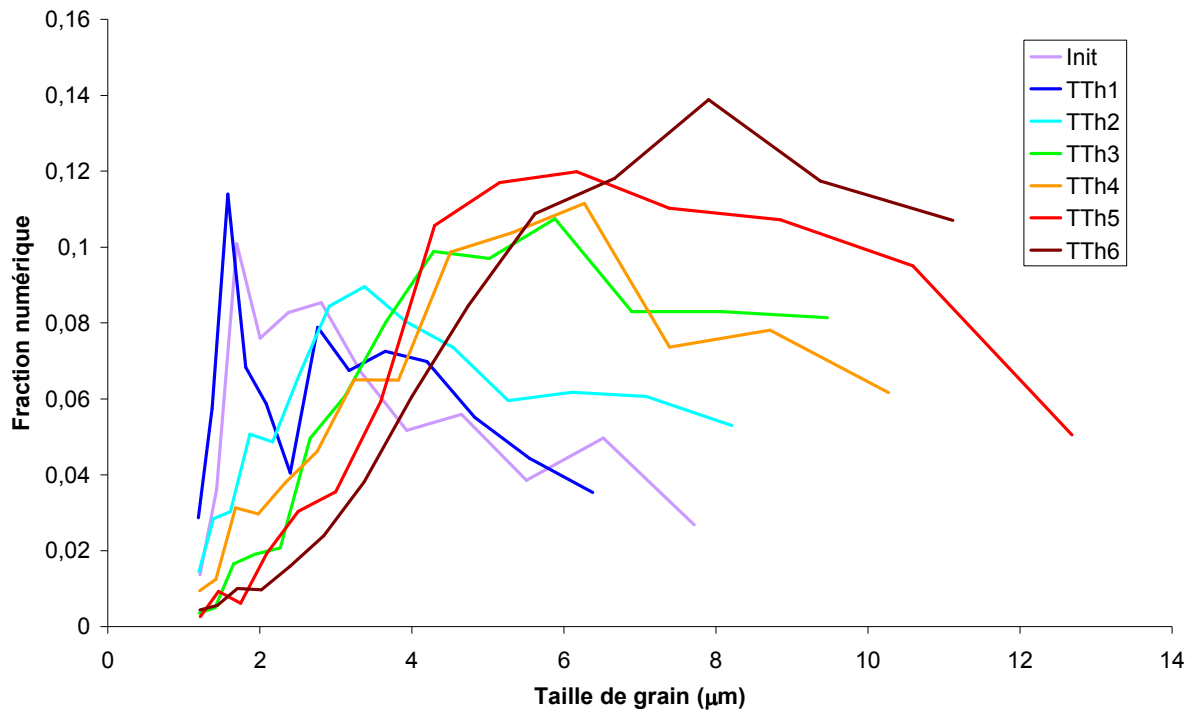


Figure 80 : Evolution de la taille des grains équiaxes lors des traitements. A noter que la fraction numérique correspond à un comptage du nombre de grain.

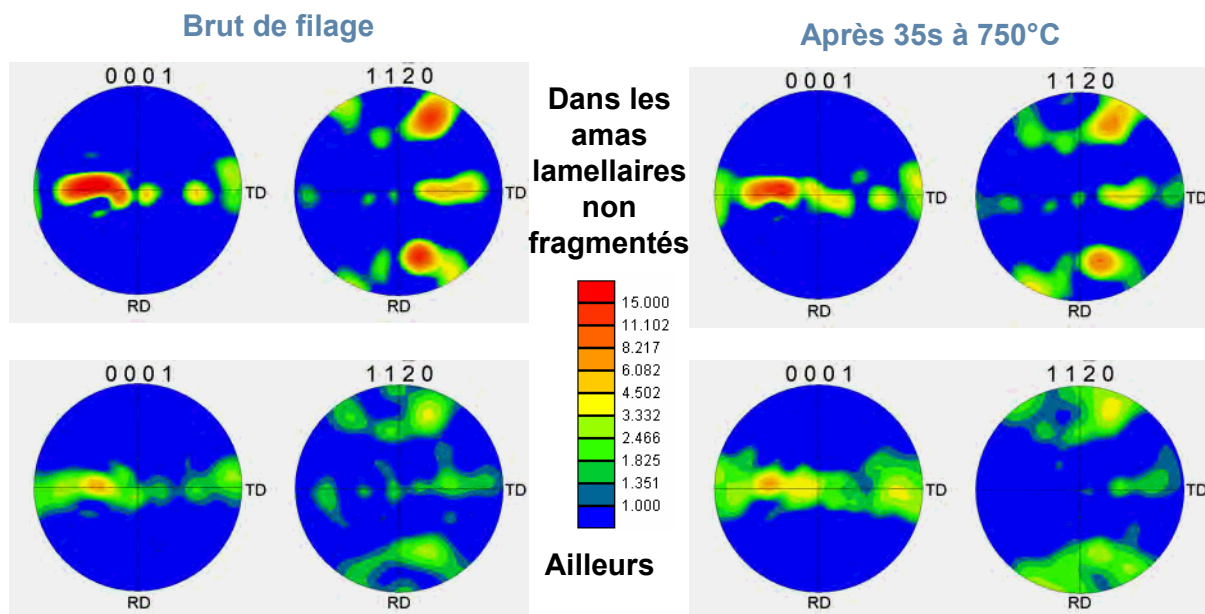
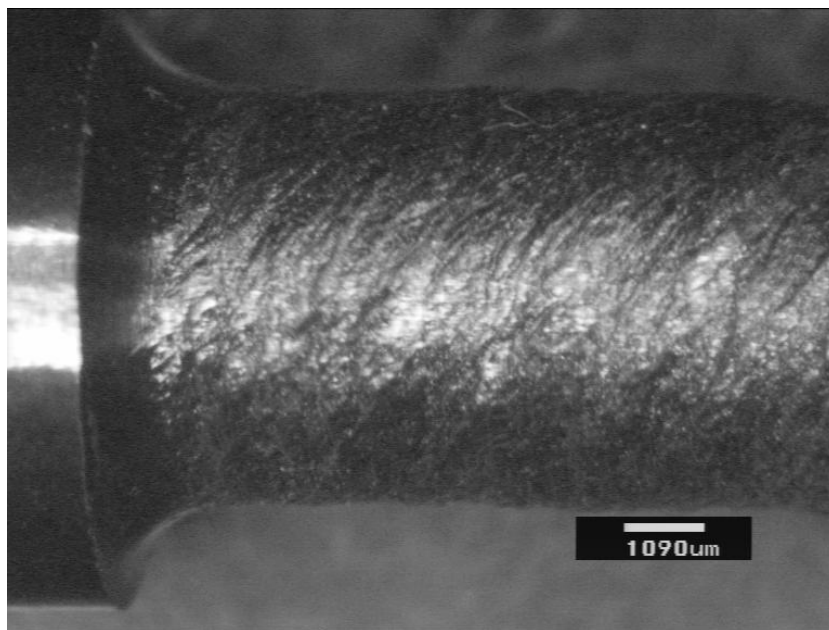


Figure 81 : Evolutions de texture dans la zone de mesure EBSD. RD = direction de filage, TD = direction transversale.

Les figures de pôles basales et prismatiques dans les zones mesurées par EBSD sont présentées en **Figure 81**. A noter que la zone de mesure étant très restreinte, les résultats n'ont pas une valeur statistiquement représentative. Néanmoins, la texture issue du mini-filage concorde qualitativement avec les données de la littérature [TEN 88 & LOG 99]. On note

que la seule évolution notable induite par un traitement thermique de 35 s est l'estompement des pics d'intensité maximum des pôles prismatiques, ce qui pourrait s'apparenter à un début de rotation de ces pôles prismatiques observée classiquement lors de la recristallisation [LOG 99]. Ce comportement n'est observable qu'à partir du traitement 5. Cela peut indiquer d'une part que la rotation des pôles prismatiques n'intervient que lors de la croissance secondaire, comme en recristallisation statique [DEW 06 & GER 09]. Néanmoins, cette conclusion est à prendre au conditionnel car, au fur et à mesure des traitements thermiques, l'amélioration de l'indice de confiance dans les zones recristallisées tend à accentuer cet effet, qui se produit ainsi peut-être plus tôt, dès la phase de croissance primaire.

### *III.1.5. Essais de torsion.*



*Figure 82 : Macrographie d'une éprouvette de torsion en Zircaloy-4. On note la formation de torsade.*

Le but initial de la campagne d'essais de torsion est de réaliser des essais simples pour permettre l'identification des paramètres du modèle d'évolution microstructurale en filage (voir chapitre IV). Aussi, il importe d'imposer des conditions proches du mini-filage. Cependant, comme la déformation d'un alliage comme le Zircaloy-4  $\beta$ -trempé tend à se localiser fortement en torsion (formation de torsades, voir **Figure 82**), il est impossible d'atteindre les fortes déformations du mini-filage en conservant les mêmes vitesses de déformation que celles du procédé. Les essais réalisés correspondent donc à des conditions plus « douces », où soit la déformation, soit la vitesse de déformation sont réduites par rapport aux conditions de mini-filage.

Les éprouvettes ont été trempées à l'eau juste après arrêt de la déformation. La caractérisation microstructurale a été effectuée après la réalisation de traitements thermiques sur des échantillons issus des éprouvettes de torsion déformées puisqu'il est apparu lors des observations en mini-filage que les évolutions métadynamiques sont très importantes. En

outre, comme la taille de grain obtenue juste après une déformation à chaud sans maintien en température est très petite, la quantification de la microstructure en microscopie optique sur de tels échantillons s'avère extrêmement compliquée.

Ainsi, le plan d'essai a été le suivant (à noter qu'il s'agit uniquement d'éprouvettes issues d'un matériau trempé- $\beta$ ) :

Conditions initiales		Conditions de déformation		Conditions de traitements thermiques				
Prélèvement dans la billette de départ	Température en °C	Vitesse de déformation en s-1	Déformation	Température en °C	temps en min	temps en min	temps en min	temps en min
sous peau	675	0,267	1,333	675	2	4	8	16
sous peau	750	0,267	1,333	750	1	2	4	8
sous peau	750	0,267	4	750	1	2	4	8
sous peau	750	2,667	1,333	750	1	2	4	8
cœur	675	0,267	1,333	675	2	4	8	16
cœur	750	0,267	1,333	750	1	2	4	8
cœur	750	0,267	4	750	1	2	4	8
cœur	750	2,667	1,333	750	1	2	4	8
mi rayon	750	0,267	1,333	750	1	2	4	8
mi rayon	750	0,267	1,333	700	2	4	8	16
mi rayon	750	0,267	1,333	650	3	6	12	24

Tableau 9 : Plan d'essais de torsion monotones en Zircaloy-4 trempé  $\beta$ .

De plus, afin d'affiner le modèle d'écrouissage servant de base à la modélisation microstructurale (voir chapitre IV), des essais avec sauts de vitesse ont été réalisés selon le plan suivant :

Conditions initiales	Conditions de déformation		
Prélèvement dans la billette de départ	Température en °C	Vitesse de déformation en s-1	Déformation
sous peau	700	0,2/0,6 (sauts)	1
sous peau	750	0,2/0,6 (sauts)	1
mi rayon	700	0,2/0,6 (sauts)	1
mi rayon	750	0,2/0,6 (sauts)	1

Tableau 10 : Plan d'essais de torsion avec sauts de vitesse en Zircaloy-4 trempé  $\beta$ .

### III.1.5.1. Comportement rhéologique.

Les courbes contrainte-déformation des essais monotones sont présentées en **Figure 83**. On peut observer un comportement classique pour ce type de métal, c'est-à-dire une montée de la contrainte et l'établissement assez rapide d'un plateau parfois suivi d'un adoucissement qui intervient plus ou moins vite selon les conditions de déformation et qui se poursuit tout le long de la déformation.

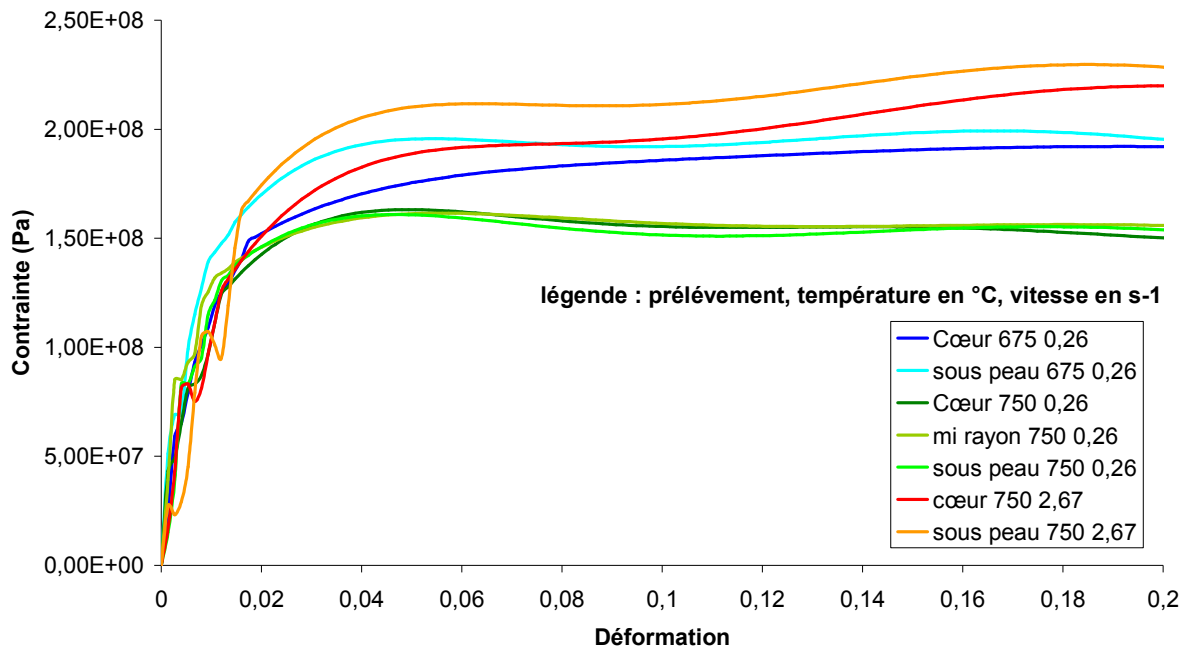


Figure 83 : Courbes contrainte déformation obtenues à partir d'essais de torsion monotones sur du Zircaloy-4. Zoom sur le domaine des déformations modérées.

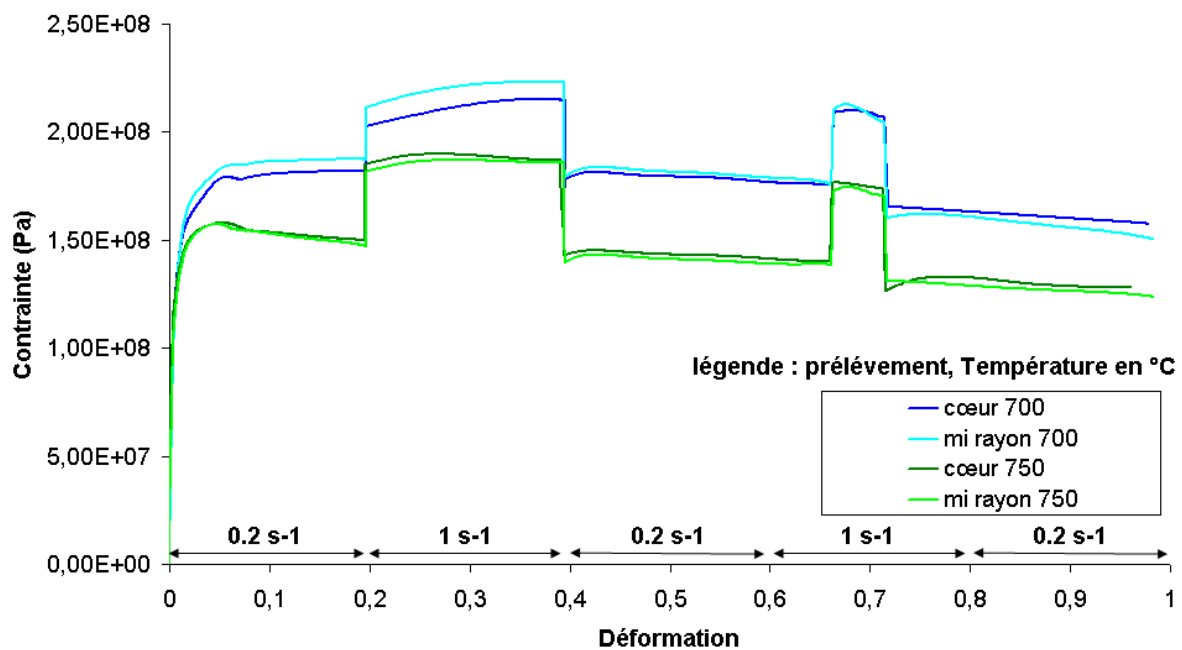


Figure 84 : Courbes contrainte déformation obtenues à partir d'essais de torsion avec sauts de vitesse sur du Zircaloy-4.

On observe clairement l'effet durcissant de l'augmentation de la vitesse de déformation et de la diminution de la température. Un effet de la microstructure initiale est visible dans le sens où plus la structure est fine (trempe plus rapide pour la peau), plus la contrainte d'écoulement est élevée. Cependant, il est à noter que ce phénomène n'est visible que dans les conditions les plus sévères de déformation.

Les essais avec sauts de vitesse (voir **Figure 84**) présentent des caractéristiques similaires sur leurs parties monotones. Au niveau des sauts de vitesse on observe un net saut de contrainte suivi d'une période instationnaire assez réduite où la contrainte s'ajuste progressivement.

Visuellement, il semble que l'on puisse rejoindre continûment les parties des courbes réalisées pour chaque vitesse de déformation, ce qui indiquerait que, dans le cas présent, le matériau ne présente pas d'effet « mémoire » important par rapport à ces changements de conditions de déformation.

Lors des sauts négatifs de vitesse, on observe une baisse de contrainte brutale, suivie d'une légère remontée (overshoot négatif de contrainte). Immarigeon et Jonas [IMM 71] attribuent ces effets à une contrainte « interne » (back stress) liée à l'écrouissage cinématique, cependant, les phénomènes observés ici sont peut-être simplement liés au temps de réponse de la machine de torsion.

A partir des courbes contrainte-déformation issues des essais monotones, on estime une sensibilité apparente à la vitesse de déformation par :

$$m = \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{T=cste} \quad (\text{Équation 71})$$

Les valeurs obtenues sont de 0,13 à 750°C pour les éprouvettes prélevées à cœur de la billette de départ et de 0,16 à 750°C pour celle prélevées sous la peau. Ces valeurs correspondent assez bien avec ce qu'a obtenu Chauvy [CHA 04] en torsion où, dans des conditions proches, il obtient  $m=0,145$ .

De la même façon, ayant estimé une sensibilité à la vitesse, on peut calculer une énergie d'activation apparente  $Q$  telle que :

$$Q = \frac{R}{m} \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \left( \frac{1}{T} \right)} \right)_{\dot{\epsilon}=cste} \quad (\text{Équation 72})$$

où  $R$  est la constante des gaz parfaits.

Ce calcul a été fait d'une part avec les essais monotones à  $0,26s^{-1}$  à 675°C et 750°C mais aussi avec les parties monotones à  $0,2s^{-1}$  sur le début des essais à sauts de vitesse à 700°C et 750°C. Les valeurs obtenues dans les deux cas sont très différentes. En effet, à partir des essais à  $0,26s^{-1}$ , on obtient des valeurs de l'ordre de 170 kJ/mol alors qu'à partir des essais à  $0,2s^{-1}$ , les valeurs obtenues sont proches de 245 kJ/mol. Or cette dernière valeur est cohérente avec les données de Chauvy: 235 kJ/mol, on constate d'ailleurs sur la **Figure 85** que même si les conditions sont légèrement différentes, l'effet de la température reste cohérent. Ceci met en cause la fiabilité des résultats des essais monotones à 675°C, en effet, même si les conditions de températures et de vitesse sont légèrement différentes des conditions explorées par Chauvy, la valeur de  $Q$  pour les essais à  $0,26s^{-1}$  semble faible. Ainsi,



il semble probable qu'une localisation de la déformation lors des essais effectués à 675°C fausse les données.

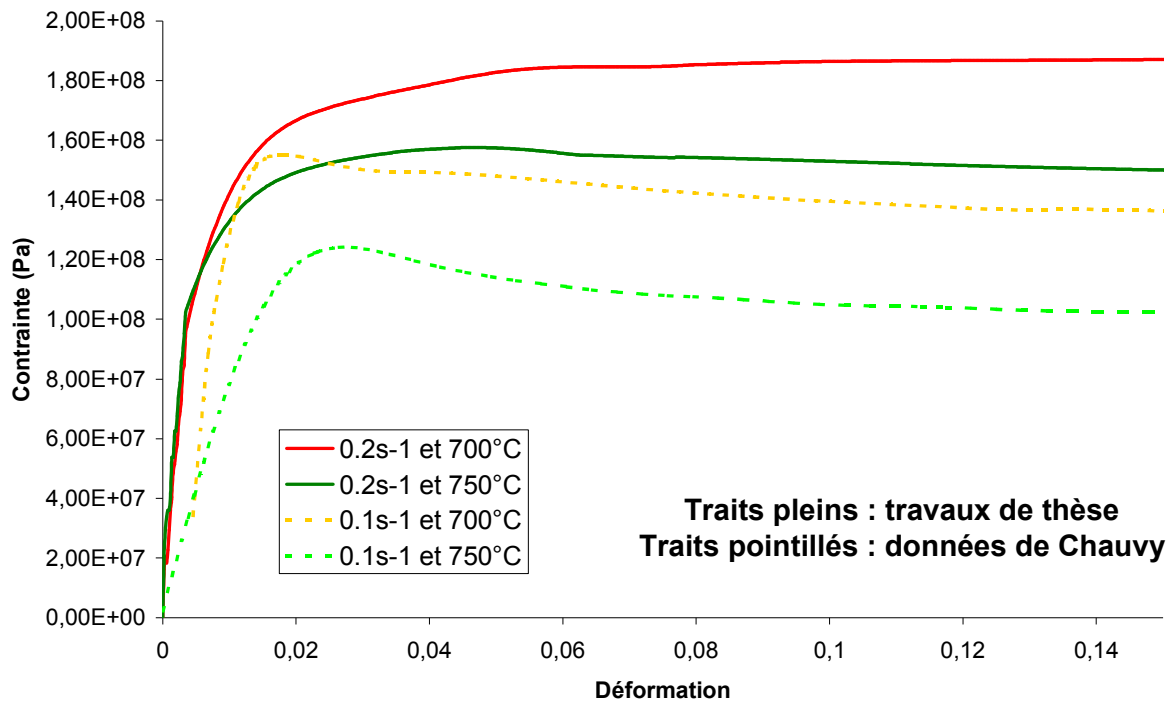


Figure 85 : Comparaison de l'influence de la température sur le comportement rhéologique avec les données de Chauvy [CHA 04].

### III.1.5.2. Evolutions microstructurales dynamiques.

De tels essais permettent, d'une manière plus claire qu'en mini-filage, de mettre en évidence l'effet du niveau de déformation sur la recristallisation. Ainsi, en **Figure 86**, on observe une différence notable sur le taux de recristallisation : il se forme en plus grand nombre des petits grains recristallisés lorsque la déformation est plus importante. Il est intéressant de constater que la taille des grains recristallisés ne semble pas très différente d'un échantillon à l'autre.

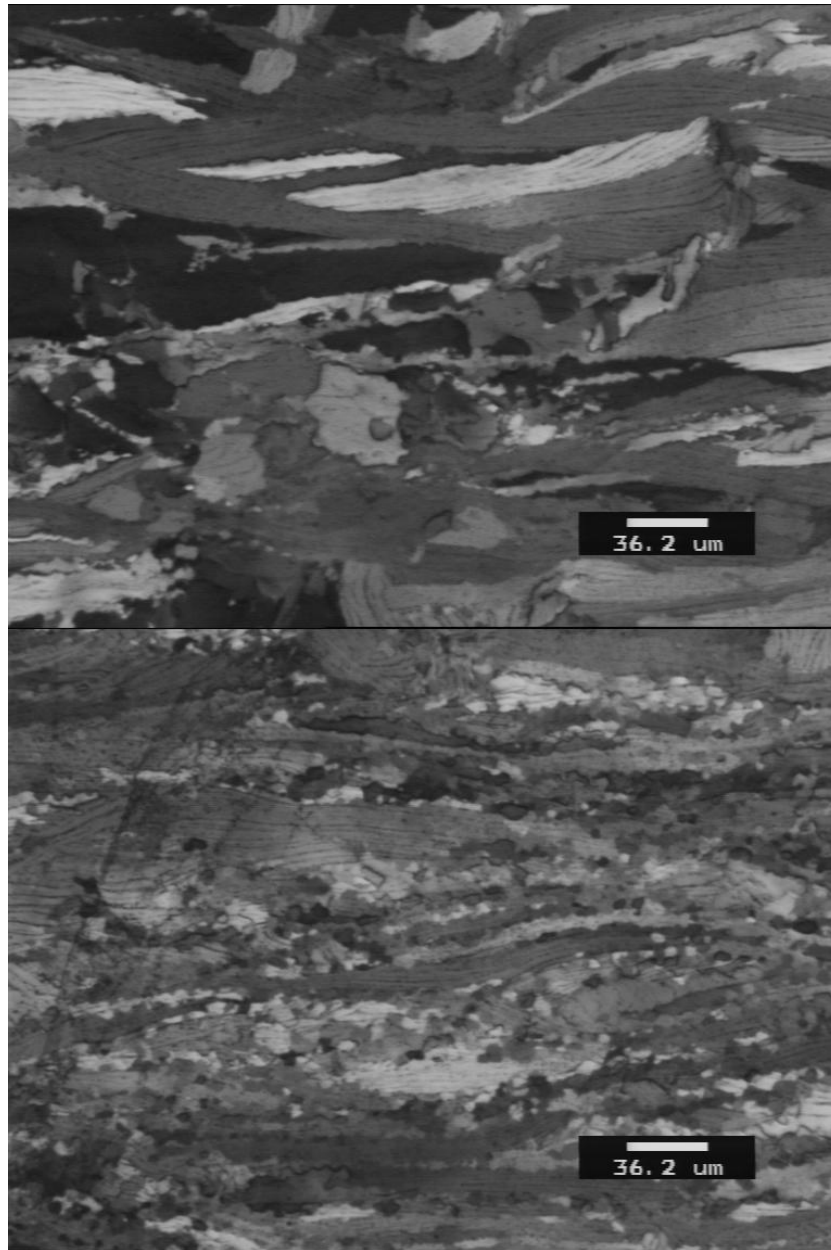


Figure 86 : Micrographie sur des éprouvettes de torsion prélevées sous peau dans la billette de départ. Conditions des essais :  $0,26s^{-1}$ ,  $750^{\circ}C$  puis TTH de 4min à  $750^{\circ}C$ . Déformation : en haut  $\varepsilon=1,33$  ; en bas  $\varepsilon=4$ .

Sur les micrographies en **Figure 87** à **Figure 89** on peut observer l'influence des conditions thermomécaniques sur les microstructures de torsion :

- A  $675^{\circ}C$  les grains issus de la fragmentation sont invisibles en optique. Ainsi, on peut supposer que les grains fragmentés sont tout au plus de la taille du micron compte tenu de la résolution de la microscopie optique.
- Il apparaît que l'augmentation de température produit une augmentation de la taille des grains après déformation. Ceci pourrait ainsi indiquer que la migration de joints durant la déformation est sensible à la température.

- Une augmentation de la vitesse de déformation semble augmenter légèrement la taille de grain, ce phénomène est aussi à relier probablement à la migration des joints de grain.

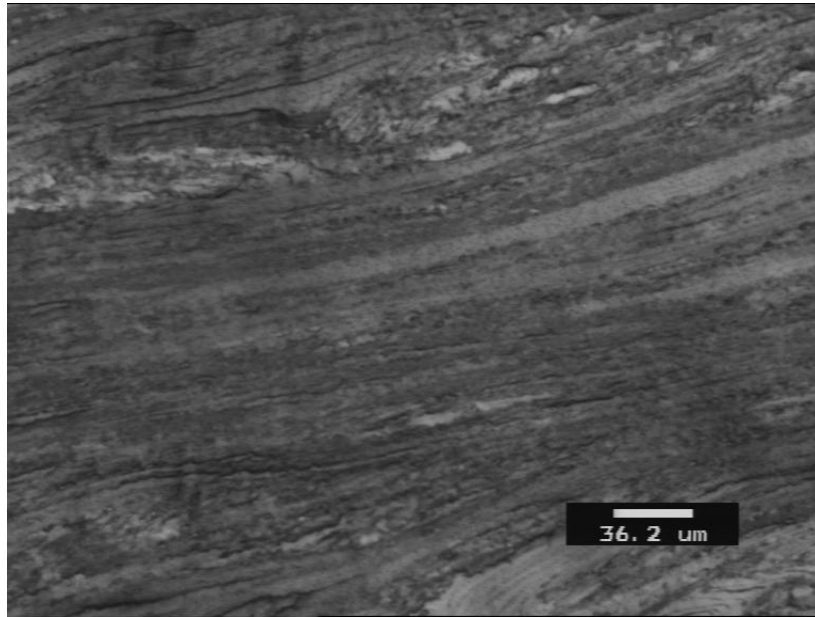


Figure 87 : Micrographie sur des éprouvettes de torsion prélevées sous peau dans la billette de départ. Conditions des essais :  $0,26 \text{ s}^{-1}$ ,  $675^\circ\text{C}$  déformation  $\varepsilon=1,33$ .

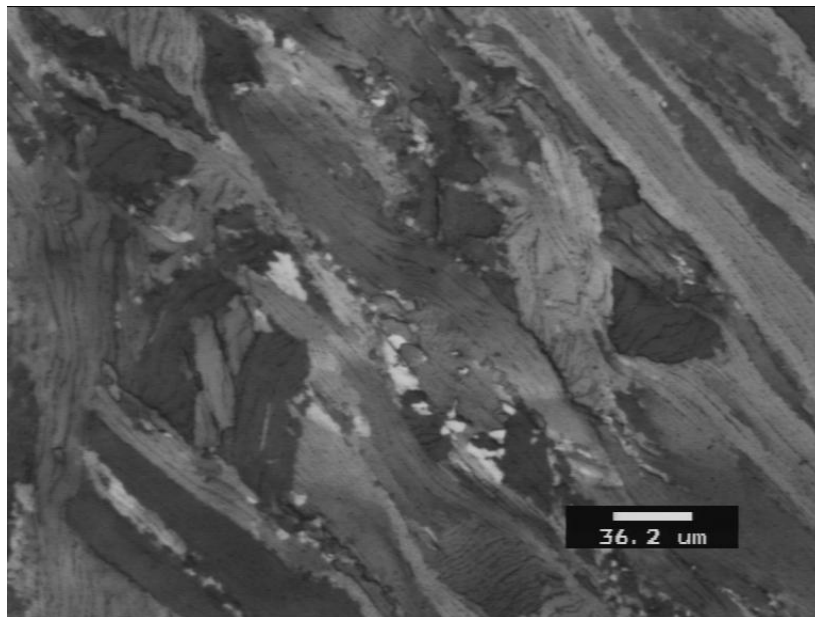


Figure 88 : Micrographie sur des éprouvettes de torsion prélevées sous peau dans la billette de départ. Conditions des essais :  $0,26 \text{ s}^{-1}$ ,  $750^\circ\text{C}$  déformation  $\varepsilon=1,33$ .

### III.1.5.3. Evolutions microstructurales métadynamiques.

Les **Figure 90** à **Figure 92** montrent les influences des différents paramètres sur les taux de recristallisation des éprouvettes déformées et traitées thermiquement. Ainsi, se dégage, comme en mini-filage, un impact des températures de déformation et de traitement

thermique, du temps de traitement, de la vitesse de déformation et du niveau de déformation atteint. De plus, les observations réalisées permettent de dégager un effet de la microstructure initiale et il apparaît que plus la structure de trempe est fine (trempe plus rapide de la peau), plus le taux de recristallisation est élevé. Les courbes à  $0,267\text{s}^{-1}$  et déformation 1,333 semblent faire exception : les écarts entre les courbes ne sont pas significatifs au regard de l'incertitude de mesure.

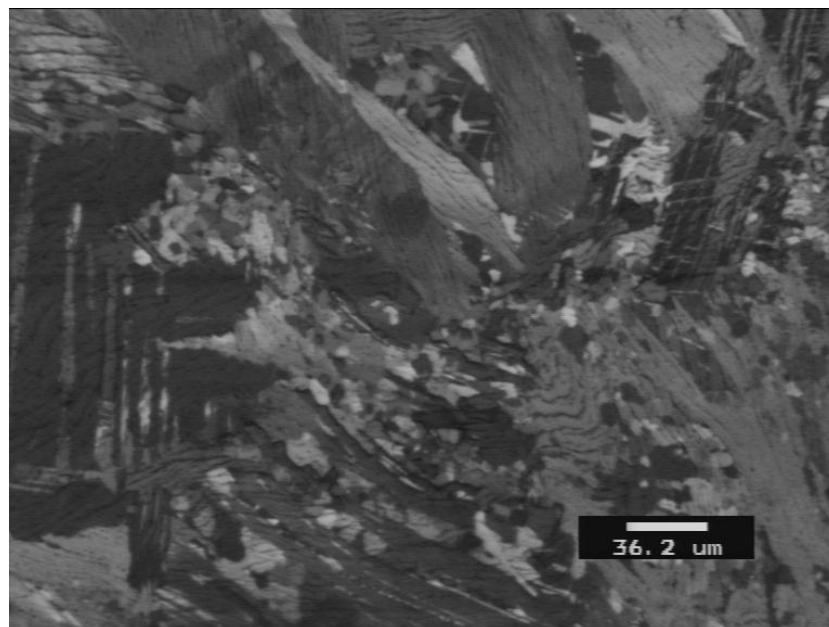


Figure 89 : Micrographie sur des éprouvettes de torsion prélevées sous peau dans la billette de départ. Conditions des essais :  $2,66\text{ s}^{-1}$ ,  $750^{\circ}\text{C}$  déformation  $\varepsilon=1,33$ .

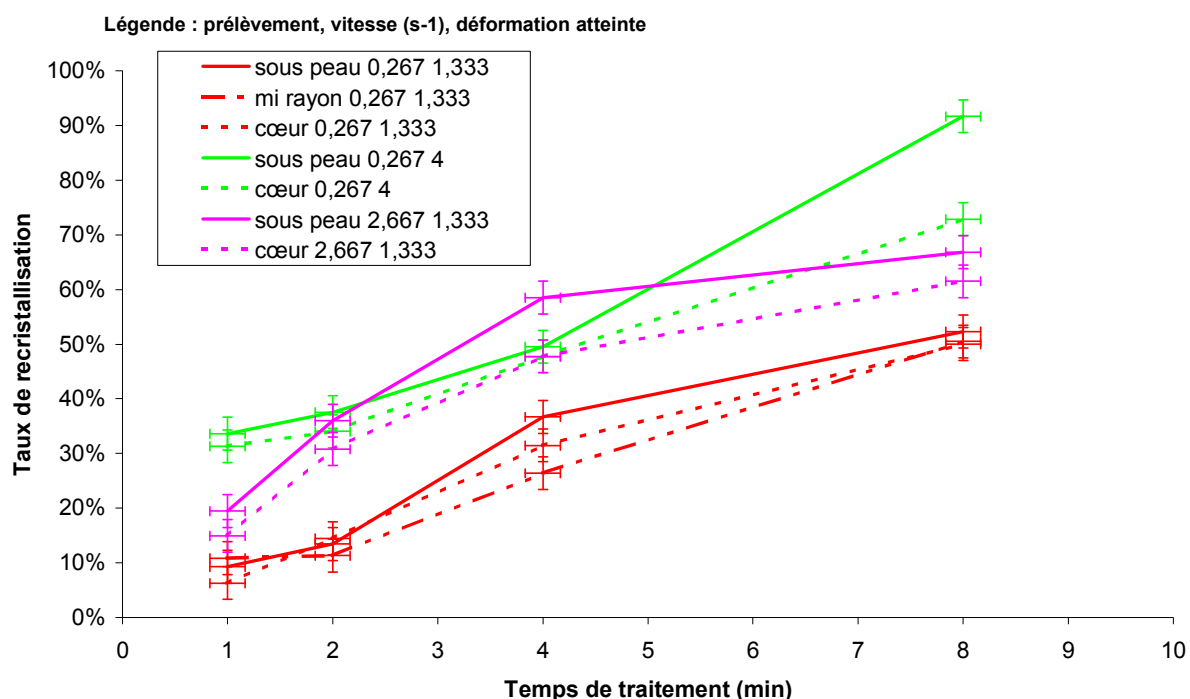


Figure 90 : Taux de recristallisation mesuré sur des éprouvettes de torsion déformées à  $750^{\circ}\text{C}$  puis traitées thermiquement à  $750^{\circ}\text{C}$ .

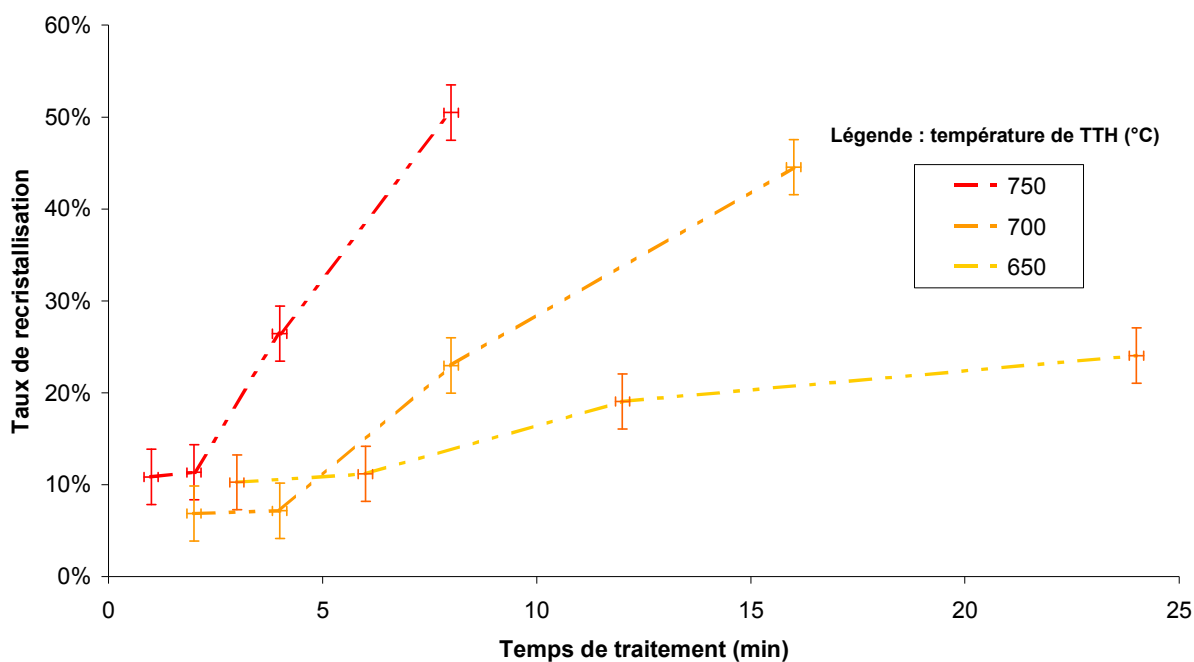


Figure 91 : Taux de recristallisation mesuré sur des éprouvettes de torsion prélevées à mi-rayon dans la billette de départ et déformée à 750°C,  $0,26s^{-1}$  jusqu'à une déformation de 1,33 puis traitées thermiquement.

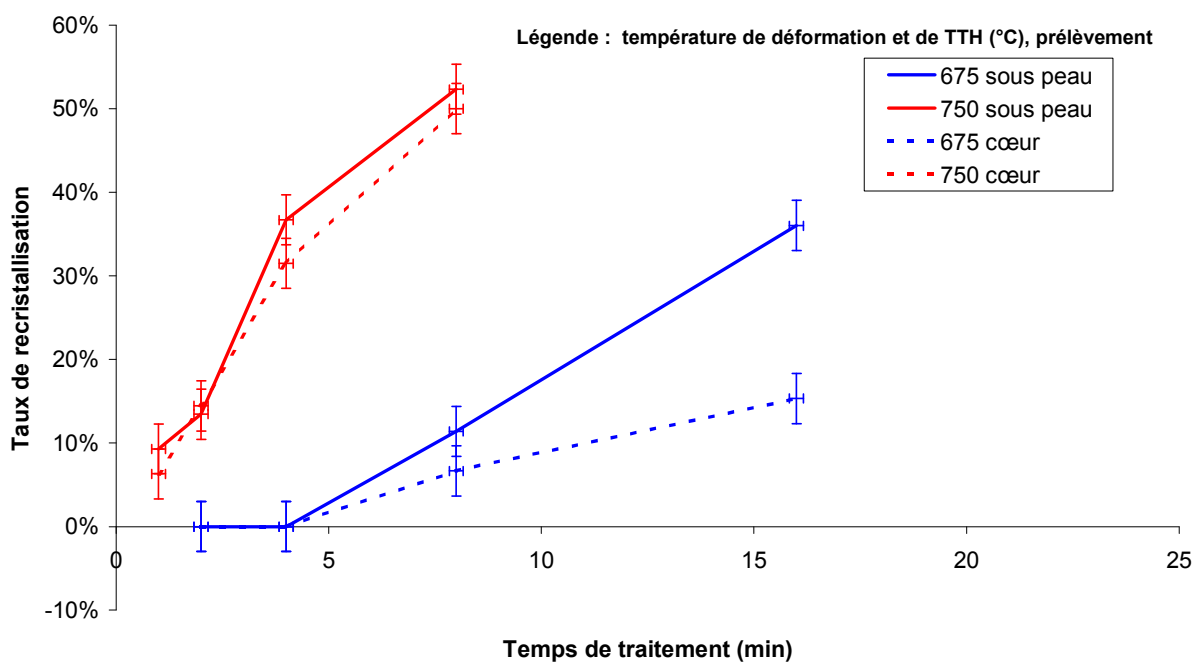


Figure 92 : Taux de recristallisation mesuré sur des éprouvettes de torsion déformées à  $0,26s^{-1}$  jusqu'à une déformation de 1,33 puis traitées thermiquement.

Enfin, le **Tableau 11** suivant récapitule tous les résultats obtenus sur la quantification des microstructures des échantillons issus d'éprouvettes de torsion.

Conditions initiales		Conditions de déformation			Conditions de traitements thermiques								
Prélèvement dans la billette de départ	Épaisseur des lamelles (μm)	Température en °C	Vitesse de déformation en s-1	Déformation	Température en °C	temps en min	Taux de RX observé	temps en min	Taux de RX observé	temps en min	Taux de RX observé	temps en min	Taux de RX observé
sous peau	4	675	0,267	1,333	675	2	0,000	4	0,000	8	0,114	16	0,360
sous peau	4	750	0,267	1,333	750	1	0,093	2	0,135	4	0,367	8	0,523
sous peau	4	750	0,267	4	750	1	0,336	2	0,376	4	0,495	8	0,917
sous peau	4	750	2,667	1,333	750	1	0,195	2	0,360	4	0,585	8	0,668
cœur	11	675	0,267	1,333	675	2	0,000	4	0,000	8	0,067	16	0,153
cœur	11	750	0,267	1,333	750	1	0,063	2	0,145	4	0,315	8	0,500
cœur	11	750	0,267	4	750	1	0,313	2	0,341	4	0,478	8	0,729
cœur	11	750	2,667	1,333	750	1	0,149	2	0,308	4	0,478	8	0,615
mi rayon	7	750	0,267	1,333	750	1	0,109	2	0,113	4	0,264	8	0,505
mi rayon	7	750	0,267	1,333	700	2	0,069	4	0,072	8	0,230	16	0,445
mi rayon	7	750	0,267	1,333	650	3	0,103	6	0,112	12	0,191	24	0,240

Tableau 11 : Récapitulatif des quantifications microstructurales faites à partir des éprouvettes de torsion.

### III.1.6. Lien microstructure – rugosité.

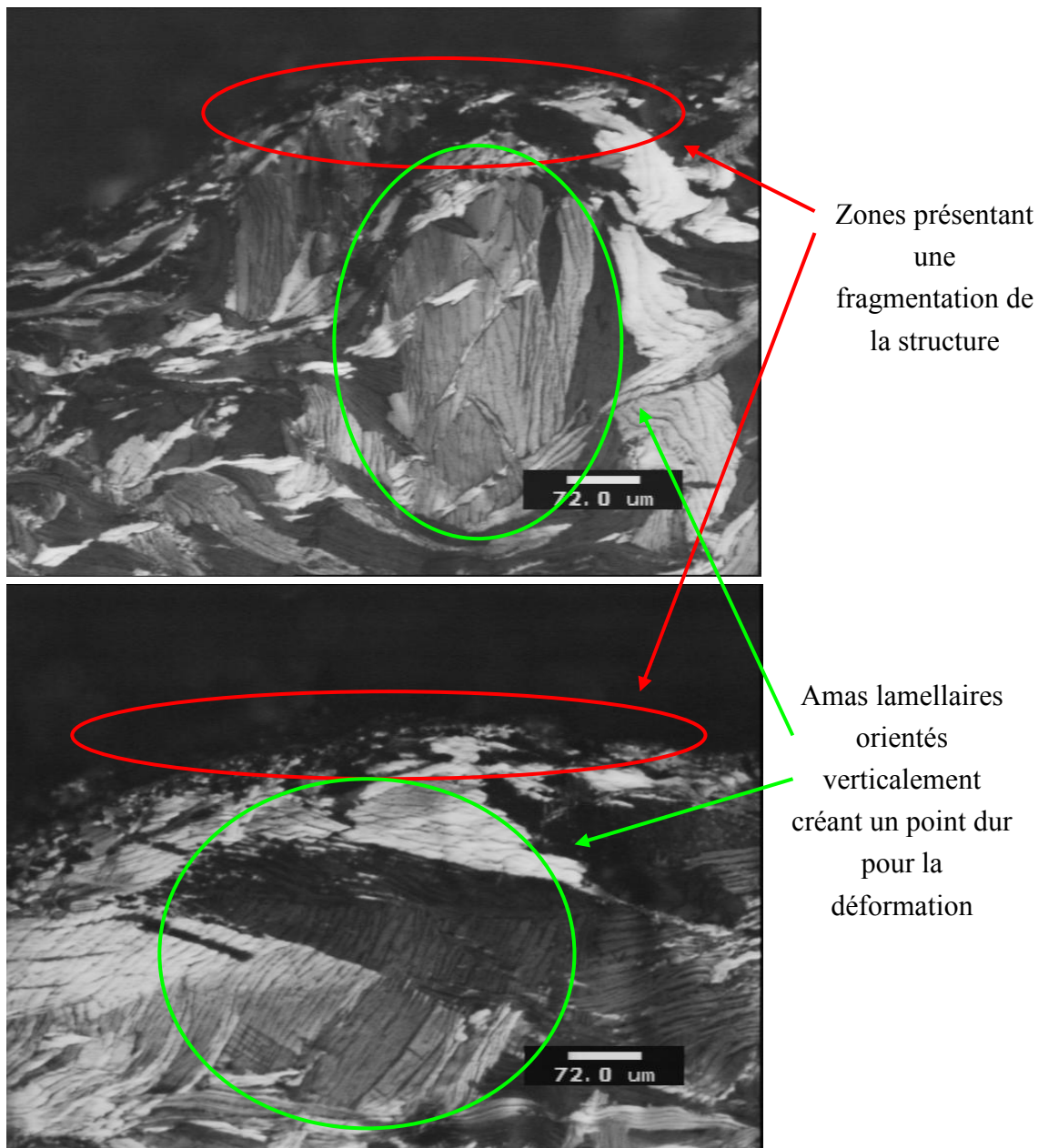


Figure 93 : Micrographies à l'interface Zircaloy-4 / lubrifiant d'une éprouvette d'un essai de piégeage à 600°C et 0,05 mm/s (compression, verticale).

Des micrographies ont été réalisées sur les échantillons issus des essais de piégeage de lubrifiant (voir **Figure 93**). Les prises de vue présentées ici ont été faites à proximité de la limite entre le Zircaloy-4 et le lubrifiant. Il est ainsi très intéressant d'observer le comportement du matériau à plus faible déformation qu'en mini-filage. Cette déformation, d'une zone proche d'un matériau moins consistant tel que le lubrifiant, est moins contrainte qu'en mini-filage. L'observation met en évidence les hétérogénéités du matériau. En effet, sur les deux micrographies ci-dessus, on observe très clairement le mode de déformation d'un amas lamellaire dont les lamelles sont orientées dans la direction de compression : ce faciès suggère qu'un tel amas se comporte comme un point « dur » de la microstructure. Ainsi, cela

crée une forme de rugosité au niveau de la surface libre. Mais aussi, on peut observer que la zone située entre ces points durs présente une fragmentation importante, preuve de la plus grande quantité de déformation subie par cette zone par rapport au reste du matériau.

### ***III.1.7. Discussion.***

#### ***III.1.7.1. Comportement rhéologique.***

Dans l'ensemble, les résultats obtenus sont cohérents avec ceux de Chauvy (voir **Figure 85**) [CHA 04] ; ils permettent une caractérisation des évolutions microstructurales dans des conditions plus proches des conditions de mini-filage, données utiles pour le paramétrage du modèle d'évolution microstructurale qui sera développé au chapitre IV. Néanmoins, il est à noter que certains essais fournissent des résultats à prendre avec précaution, notamment ceux à 675°C.

Les essais avec sauts de vitesse montrent que la contrainte d'écoulement présente un ajustement brutal suivi d'une évolution progressive classiquement observée sur ce type d'essai [BAR 74 & PER 83], notamment sur un alliage de zirconium mais à des vitesses de déformation plus faibles [EL 07]. Ce comportement où la contrainte présente un saut abrupt lors d'un saut de vitesse est révélateur d'un comportement de type « alliage » et indique que la contrainte est peu sensible à la sous structure de dislocations [BUY 97]. La montée brusque de contrainte est probablement due au mouvement visqueux des dislocations, alors que l'évolution lente qui suit est sans doute liée à l'évolution de la sous-structure qui se réajuste aux nouvelles conditions de vitesse de déformation. **Ainsi, il semble que l'effet d'un saut de vitesse de déformation sur la contrainte ne soit pas principalement lié à l'écrouissage.**

#### ***III.1.7.2. Mécanismes de recristallisation du Zircaloy-4 trempé $\beta$ .***

Le montage de mini-filage, procédé de laboratoire à mi-chemin entre le filage industriel et les essais classiques de laboratoire, a permis de mettre en évidence deux mécanismes participant à l'évolution de la microstructure :

- En premier lieu, durant la déformation, on assiste à un phénomène de fragmentation de la structure (surtout visible dans le cas d'une structure lamellaire). Cette fragmentation a principalement été caractérisée par Chauvy [CHA 04] à l'aide d'essais de laboratoire où un refroidissement très rapide figeant la structure est possible. Les mécanismes microstructuraux mis en jeu dans cette fragmentation sont la recristallisation dynamique continue (CDRX) et la recristallisation géométrique (GDRX) [CHA 04 & VAN 08]. Nous avons pu d'ailleurs observer sur des essais de torsion (**Figure 86**) un effet direct de la déformation atteinte sur le nombre de grains recristallisés après déformation, comportement cohérent avec ces mécanismes de recristallisation dynamique. Cette fragmentation est très hétérogène et plus ou moins forte selon l'amas lamellaire considéré ; ainsi, on peut assister, à l'intérieur de ceux-ci, à la



formation de bandes de cisaillement qui sont des lieux de germination de grains recristallisés. Néanmoins, il est difficile de préciser quelle part de la fragmentation est attribuable à ce phénomène, aussi observé en laminage sur des alliages Al-Mg [ENG 01]. Les hétérogénéités sont aussi observables à une échelle plus grande : en effet, en fonction de son orientation (cristallographique et morphologique, les deux étant liées), un amas lamellaire est plus ou moins déformé et donc fragmenté. Ce phénomène, également mis en évidence sur des micrographies d'échantillons issus des essais de piégeage, est aussi la cause des hétérogénéités observées après traitement thermique (**Figure 58** et **Figure 59**).

- D'autre part, on observe une croissance de grain très active à 750°C. Comme l'a montré Logé [LOG 99] sur des ébauches filées industriellement, cette croissance est très sensible à la température dans la zone 700–800°C et il est raisonnable de considérer qu'elle est peu active en dessous de 700°C. De plus, étant donné les observations faites sur divers échantillons mini-filés, on peut considérer que la recristallisation dynamique continue contribue à fragmenter la structure et à générer des « germes », qui entameront leur croissance (métadynamique) juste à la fin de la déformation, et d'autant plus rapidement que la température est élevée. Il a aussi été montré que la croissance de grain était sensible à la vitesse de déformation, mais peu à la déformation. Ce comportement peut s'expliquer par les éléments suivants. (1) Concernant la dépendance en déformation, les courbes rhéologiques présentent un plateau en contrainte qui est très vite atteint, ce qui indique une stabilisation de la densité de dislocations. (2) Concernant l'influence de la vitesse de déformation, on notera que les essais de torsion avec sauts de vitesse ont montré qu'une part importante du comportement visqueux du métal n'était pas due à l'évolution de la sous structure. Ceci ne veut pas dire que la densité effective de dislocations ne croît pas avec la vitesse de déformation, puisqu'il subsiste un transitoire qui montre une augmentation progressive de contrainte avant que celle-ci ne se stabilise en condition stationnaire. Les mesures de taux de recristallisation faites après traitement thermique montrent bien que l'effet de la vitesse sur la densité de dislocation est suffisant pour modifier significativement la vitesse de croissance des grains (**Figure 72**).
- Enfin, les observations après traitement thermique en four ou sur platine chauffante (**Figure 58** et **Figure 59**) semblent indiquer que la croissance des grains recristallisés est confinée à l'intérieur de lamelles ou d'amas lamellaires dans lesquels ils ont germé, ou du moins fortement ralentie lorsqu'il s'agit de croissance à l'extérieur de ces amas. Ceci pourrait indiquer un effet d'ancrage des précipités intermétalliques présents aux limites des ex-lamelles comme l'a montré Logé [LOG 99]. La conséquence d'un tel confinement serait de limiter la croissance des grains par la rencontre d'une interface entre ex-lamelles, d'un autre grain en croissance. Ce scénario est soutenu par les observations en

platine chauffante : dans les zones fortement déformées on assiste à une première phase de recristallisation primaire, puis à une phase de croissance de grain comme en recristallisation statique [DEW 06], et durant cette seconde phase, les grains issus de la fragmentation dans les zones très déformées vont croître et progressivement approcher les zones où la déformation est moindre.

L'ensemble de ces remarques servira de base à la construction du modèle microstructural du chapitre IV.

### III.1.7.3. Effet de la différence d'états initiaux.

Les microstructures obtenues en mini-filage, en particulier avec l'extraction d'ébauche, présentent quelques différences en fonction de l'état initial du matériau. Ainsi, il semble que la recristallisation dynamique continue génère plus de germes dans une structure équiaxe que dans une structure  $\beta$ -trempe. Les dislocations seraient donc plus mobiles lors de la déformation d'une structure déjà recristallisée. Cela pourrait s'expliquer par le fait que, dans le cas du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ , plus d'éléments d'alliage viennent sursaturer le réseau cristallin ce qui ralentit le mouvement des dislocations. Cela peut aussi venir d'un effet de texture, la distribution des orientations des grains dans la structure équiaxe conduisant à une répartition différente de la déformation, cela influant nécessairement sur la fragmentation de la structure.

## III.2. Caractérisation du Zr-1Nb.

### III.2.1. *Caractérisation des états initiaux.*

#### III.2.1.1. Etat trempé- $\beta$ .

Le Zr-1Nb présente après trempe une structure similaire à celle du Zircaloy-4,

- avec des lamelles plus fines, de l'ordre de 1 à 2  $\mu\text{m}$  en moyenne lorsque la structure est plutôt de type amas parallèles (voir **Figure 95**). A noter que dans le cas du Zircaloy-4, on observe des lamelles allant de 4 à 11  $\mu\text{m}$  en moyenne.
- les épaisseurs de lamelles pouvant atteindre localement la dizaine de microns lorsque la structure est plutôt de type vannerie (voir **Figure 94**). Ainsi les lamelles sont d'épaisseur équivalente à celle du Zircaloy-4 voire même plus épaisses dans certains cas.

Ces différences semblent liées à la vitesse de tempe. En effet, dans le cas d'une structure en vannerie, obtenue aux vitesses de trempe élevées, le niobium n'a pas le temps de diffuser pour former des précipités de  $\beta_{\text{Nb}}$  qui auraient pour influence de bloquer la croissance des lamelles ; à l'inverse, lors d'une trempe moins rapide, la formation de précipités accompagne une structure plutôt de type amas parallèles. A noter cependant que les structures de trempe du Zr-1Nb sont très dépendantes du niveau d'impureté hérité de la fusion. Ce sont

ces impuretés justement qui permettent la germination des lamelles au cœur des grains (vannerie) plutôt qu'aux joints de grain (amas parallèles).

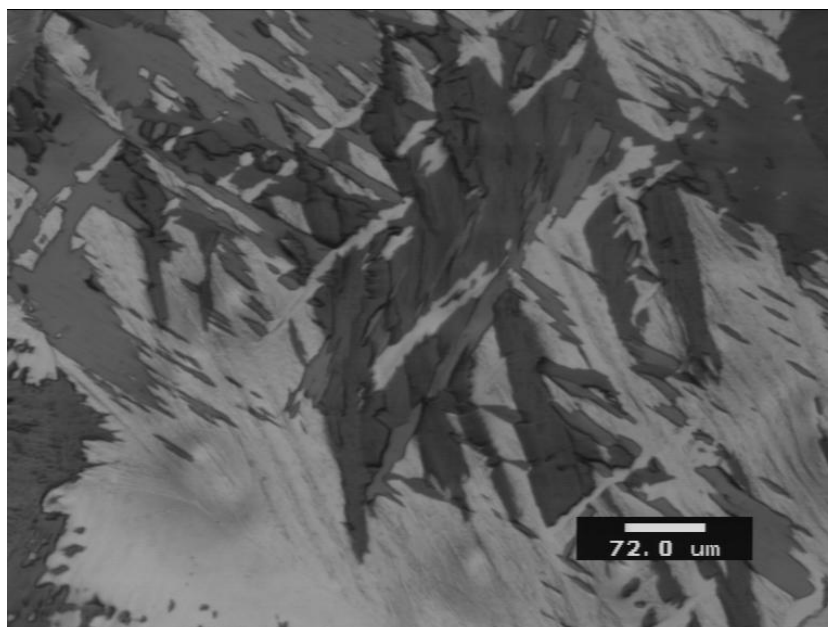


Figure 94 : Micrographie d'un échantillon de Zr-1Nb trempé-β, structure en vannerie.

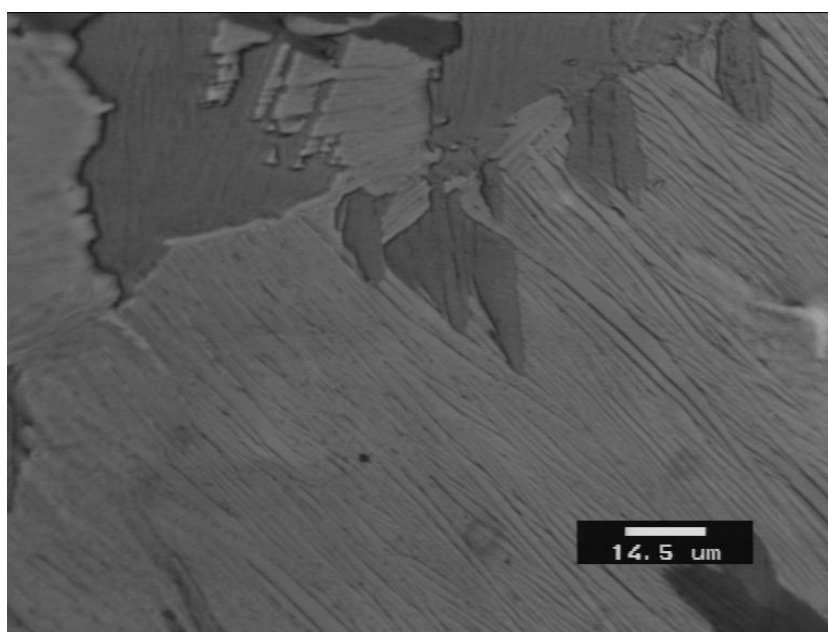
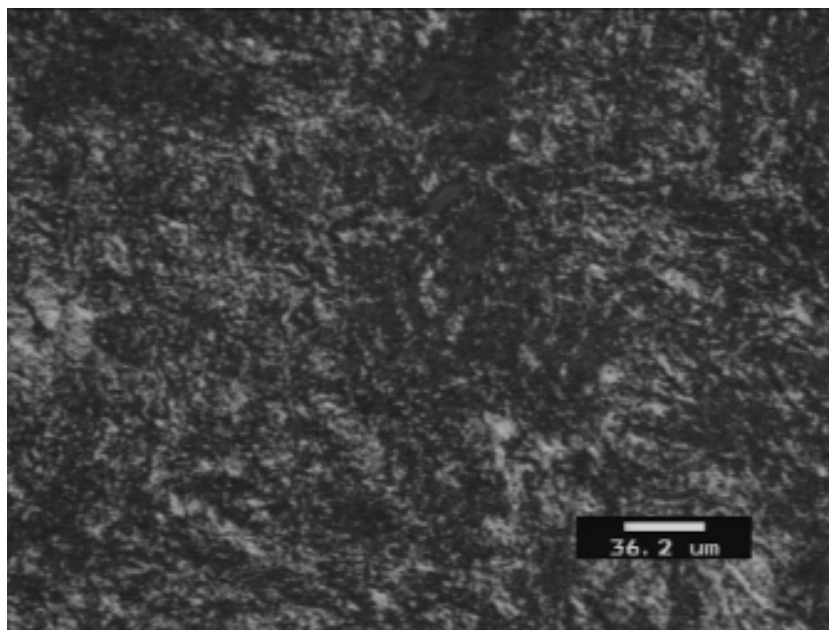


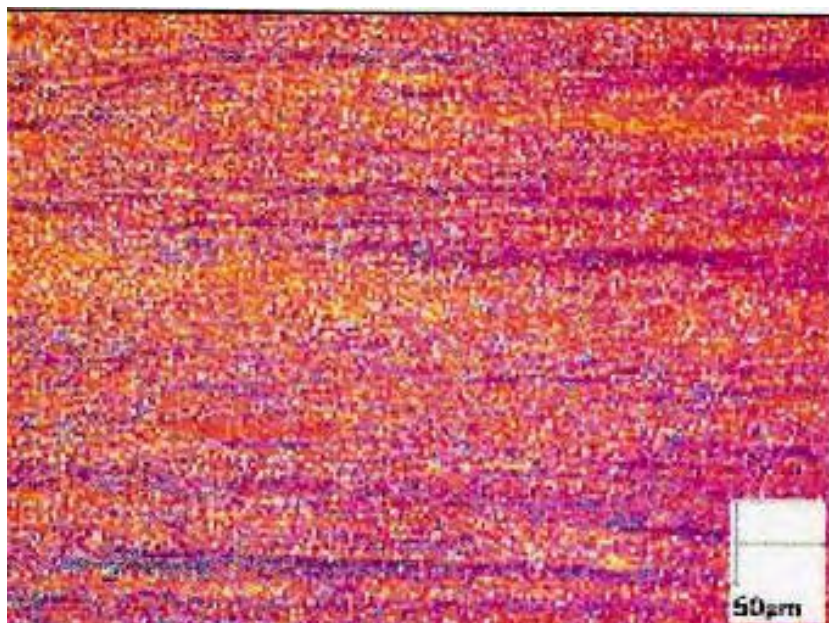
Figure 95 : Micrographie d'un échantillon de Zr-1Nb trempé-β, structure en amas parallèles.

### III.2.1.2. Etat laminé à chaud.

Les échantillons utilisés pour le filage à chaud ont été obtenus par laminage à 750°C (phase  $\alpha$ ) de barres trempées- $\beta$ . Le refroidissement après laminage est effectué à l'air. La microstructure (voir **Figure 96** et **Figure 97**), contrairement au Zircaloy-4 dans les mêmes conditions, présente des zones fibrées. En effet, sur une coupe en sens long (voir **Figure 97**), on observe un amalgame de grains alignés avec le sens du laminage entourés de petits grains équiaxes.



*Figure 96 : Microstructure en sens travers de Zr-1Nb issu de laminage à chaud.*



*Figure 97 : Microstructure en sens long de Zr-1Nb issu de laminage à chaud.*

### III.2.2. Caractérisation des états filés.

#### III.2.2.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .

Les microstructures de barres filées en Zr-1Nb présentent des caractéristiques identiques aux barres de Zircaloy-4 trempé : structure fibrée composée de longs grains allongés dans le sens du filage entourés de petits grains équiaxes. Cependant, de la même façon que la structure de trempé du Zr-1Nb est beaucoup plus fine, les microstructures déformées le sont également. Sur la **Figure 98** on observe une légère influence de la température : plus la température augmente, plus le nombre de petits grains équiaxes est important.

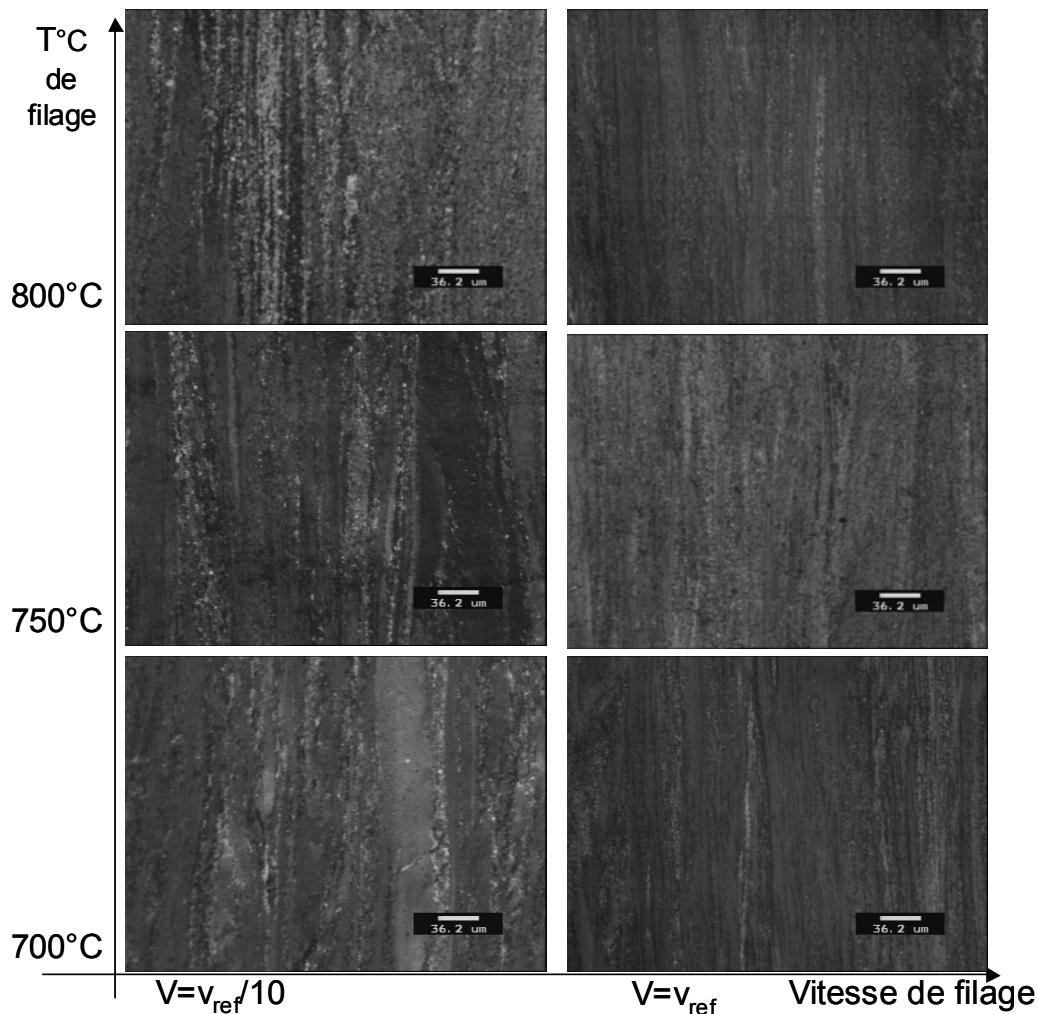


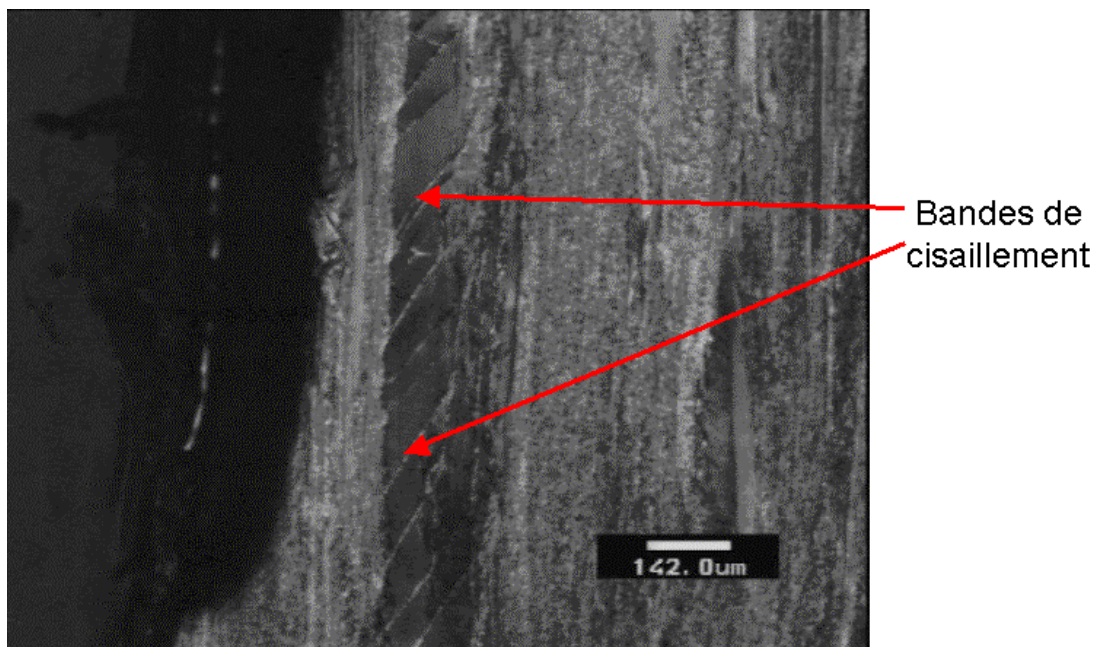
Figure 98 : Microstructures en peau pour différentes conditions de filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Mini-filage dans le sens vertical. Structure initiale  $\beta$  trempée

Néanmoins, il n'y a apparemment pas d'influence sur la taille de grain ce qui voudrait dire que dans la plage de température couverte par nos expériences, la température n'a pas d'impact sur la vitesse de croissance des grains durant le refroidissement suivant le mini-filage contrairement au cas du Zircaloy-4.



Ensuite, on remarque une influence sensible de la vitesse de filage sur la taille de ces grains équiaxes. En effet, les grains issus de la fragmentation de la structure sont plus gros lorsque la vitesse de filage est de  $v_{ref}/10$ . Ainsi, à supposer que c'est la distribution de la phase  $\beta_{Zr}$  qui empêche la croissance de la phase  $\alpha$  par un phénomène d'ancrage, ce comportement pourrait s'expliquer par la coalescence de la phase  $\beta_{Zr}$  pendant le mouvement des joints de grains lors de la déformation [HOL 77] (voir I.4.1).

Comme pour le Zircaloy-4, nous observons des bandes de cisaillement obliques dans des amas parallèles de lamelles (voir **Figure 99**). Ces bandes sont comme pour le Zy4 le siège de la germination de nouveaux grains (voir III.2.4). En effet, les déformations se localisant dans ces zones, les densités de dislocation et leurs gradients sont élevés. Comparativement au Zircaloy-4, ces bandes sont plus fréquentes, car aucune recristallisation métadynamique ne vient les masquer. Elles se localisent toujours à moins d'un demi mm de la surface et elles sont surtout plus régulières que pour le Zy-4 (souvent une seule orientation par amas lamellaire). Ce phénomène est plus courant sur les barres filées aux basses températures.



*Figure 99 : Bandes de cisaillement en peau dans une barre filée à 700°C,  $v_{ref}/10$  mm/s et  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Sens de filage vertical. Structure initiale  $\beta$  trempée*

### III.2.2.2. Etat initial : laminé à chaud.

Les micrographies présentées en Figure 100 montrent les microstructures obtenues après mini-filage. Tout d'abord, il est à noter que ces structures sont très difficilement observables en microscopie optique du fait de la très petite taille des grains. La structure granulaire a des caractéristiques très proches de la structure initiale, avec de nombreux petits grains équiaxes, mais on note que les longs grains dans le sens d'allongement du produit ont disparu. Ainsi, la combinaison de deux déformations à chaud successives (laminage + mini-

filage) permet une fragmentation complète de la structure lamellaire. De plus, la température semble jouer légèrement sur la taille de grain mais cela n'est pas très net.

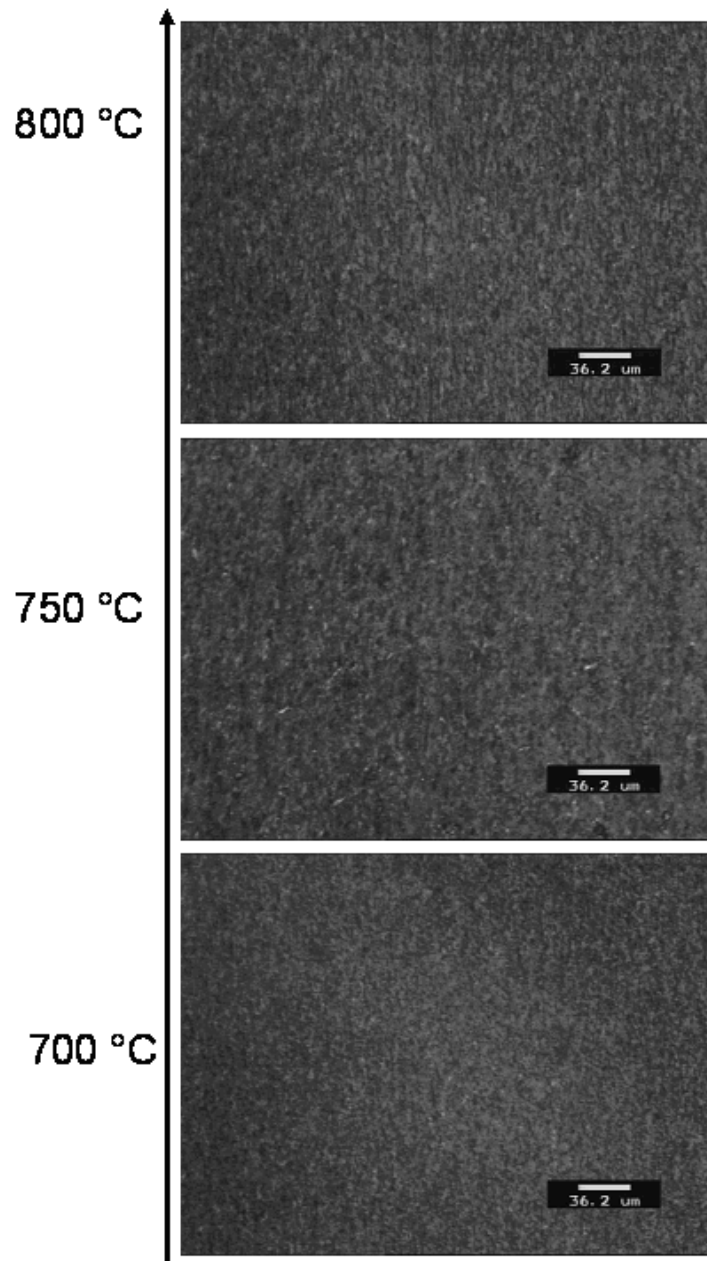
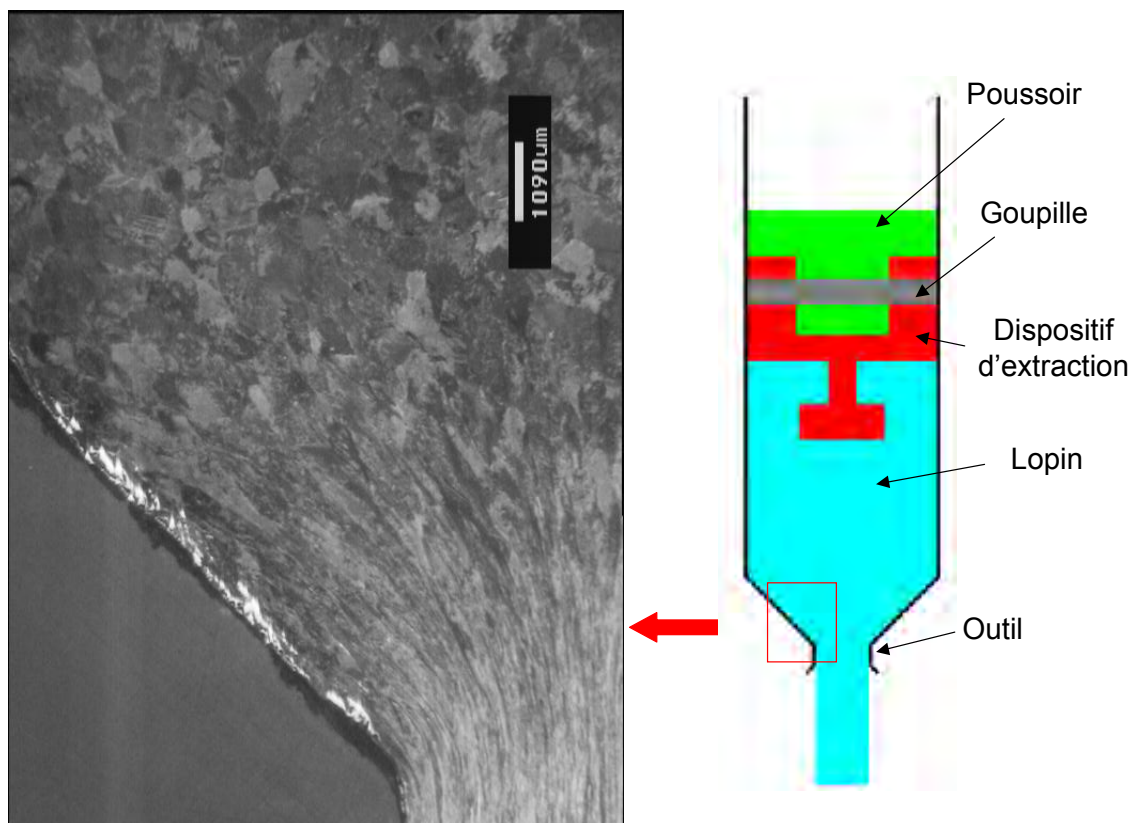


Figure 100 : Microstructures en peau de barres filées à  $v_{ref}$ ,  $\lambda = \lambda_{ref}$  et différentes températures. Sens de mini-filage vertical. Structure initiale issue du laminage à chaud.

### III.2.3. Essais de mini-filage interrompus : étude du cône de filage

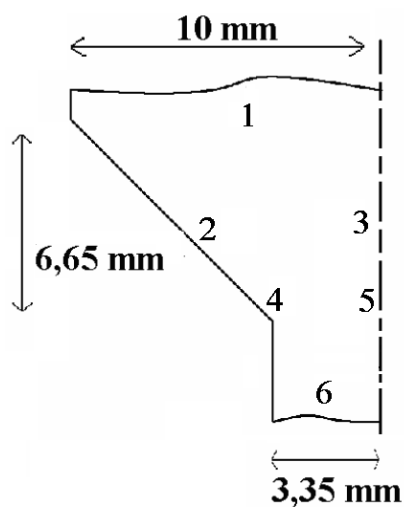
Face à la difficulté des observations des structures déformées issues du laminage à chaud, les extractions d'ébauches n'ont été réalisées qu'avec du métal issu de la trempe. Est présenté ici le cas d'une extraction au cours d'un filage réalisé dans les conditions nominales de mini-filage ( $750^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{ref}$ ,  $\lambda = \lambda_{ref}$ ). Sur la macrographie en **Figure 101**, on observe une structure très semblable à celle observée sur Zircaloy-4 (voir III.1.3). Cependant, dans le cas

du Zr-1Nb, on note d'une part que les ex-grains  $\beta$  sont plus petits que dans le cas du Zircaloy-4 (voir **Figure 60**) mais aussi que le fibrage morphologique après déformation est bien plus marqué. Compte tenu de la faible croissance de grain observée pour le Zr-1Nb, le temps nécessaire à l'extraction influe peu sur la structure, contrairement au cas du Zircaloy-4, et par conséquent les observations faites ici correspondent véritablement aux évolutions microstructurales induites par la seule déformation.



*Figure 101 : Macrographie du cône extrait. Sens de mini-filage vertical.*

Voici en **Figure 102** une carte des différentes micrographies optiques prises sur l'échantillon.



*Figure 102 : Carte des prises de vue sur le lopin extrait.*





Figure 103 : Micrographie zone 1.

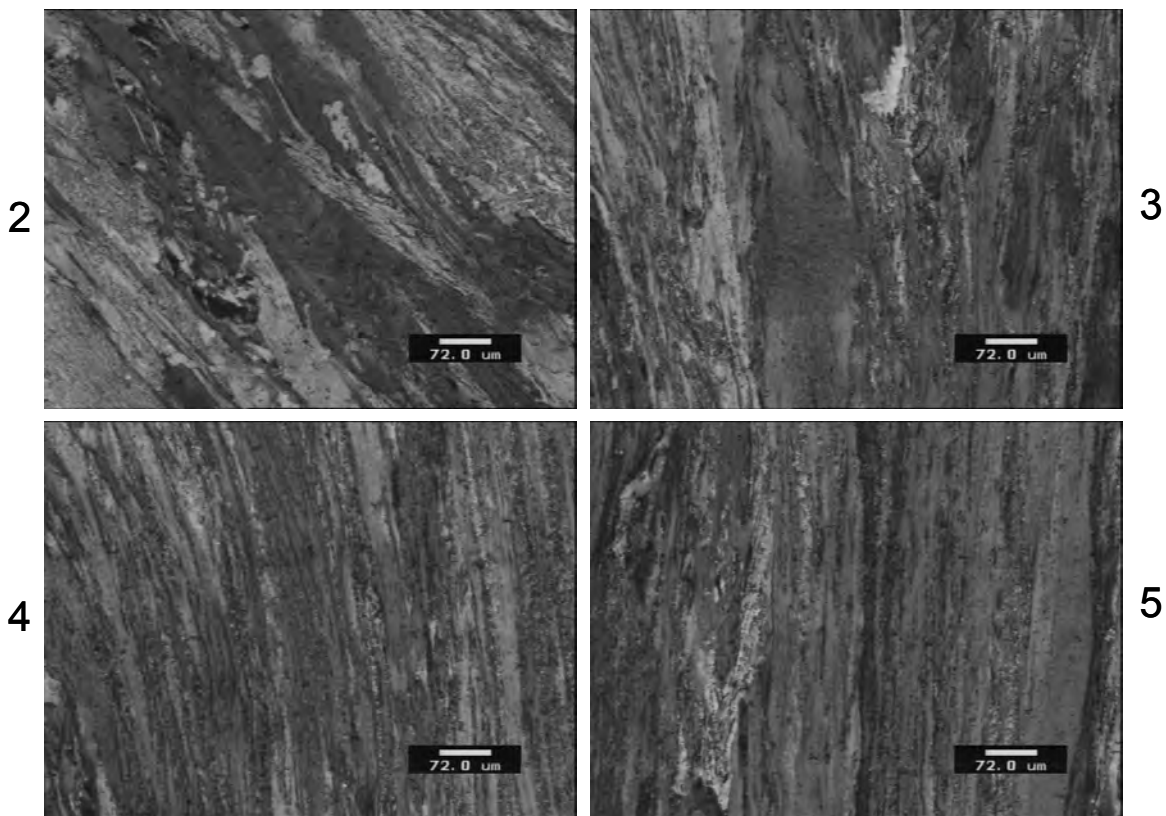


Figure 104 : Micrographie des zones 2 à 5. Sens de mini-filage vertical.

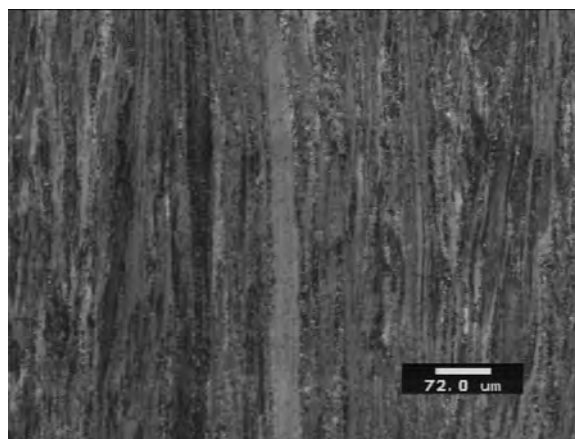


Figure 105 : Micrographie zone 6.

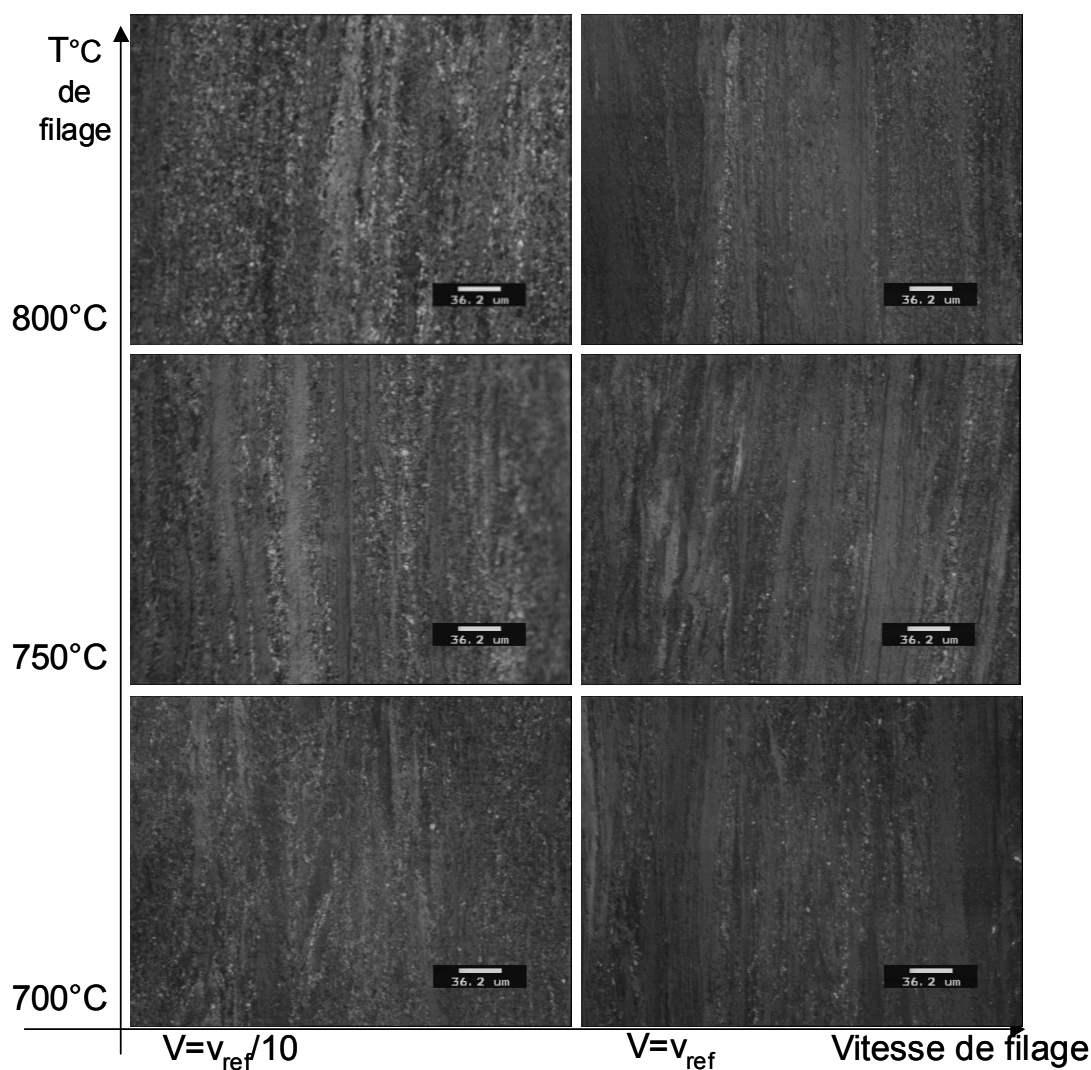
En zone 1 (voir **Figure 103**), on retrouve bien la structure de trempe, qui ne semble pas avoir évolué bien que l'alliage ait subi un changement de phase partiel à 750°C.

Dans la filière (zones 2 à 5 en **Figure 104**), l'orientation progressive de la structure est nettement visible, et une fragmentation en tout petits grains de certaines lamelles est observable. Par comparaison avec le Zircaloy-4, les structures sont beaucoup plus fines et la grande quantité de lamelles non fragmentées orientées dans le sens du filage donne une impression de fibrage beaucoup plus marqué.

Enfin, en zone 6 (**Figure 105**) ; on retrouve une microstructure après filage identique à celles présentées précédemment (voir **Figure 98**).

### ***III.2.4. Effet d'un traitement thermique après filage – comparaison avec le Zircaloy-4.***

#### ***III.2.4.1. Etat initial : trempé- $\beta$ .***

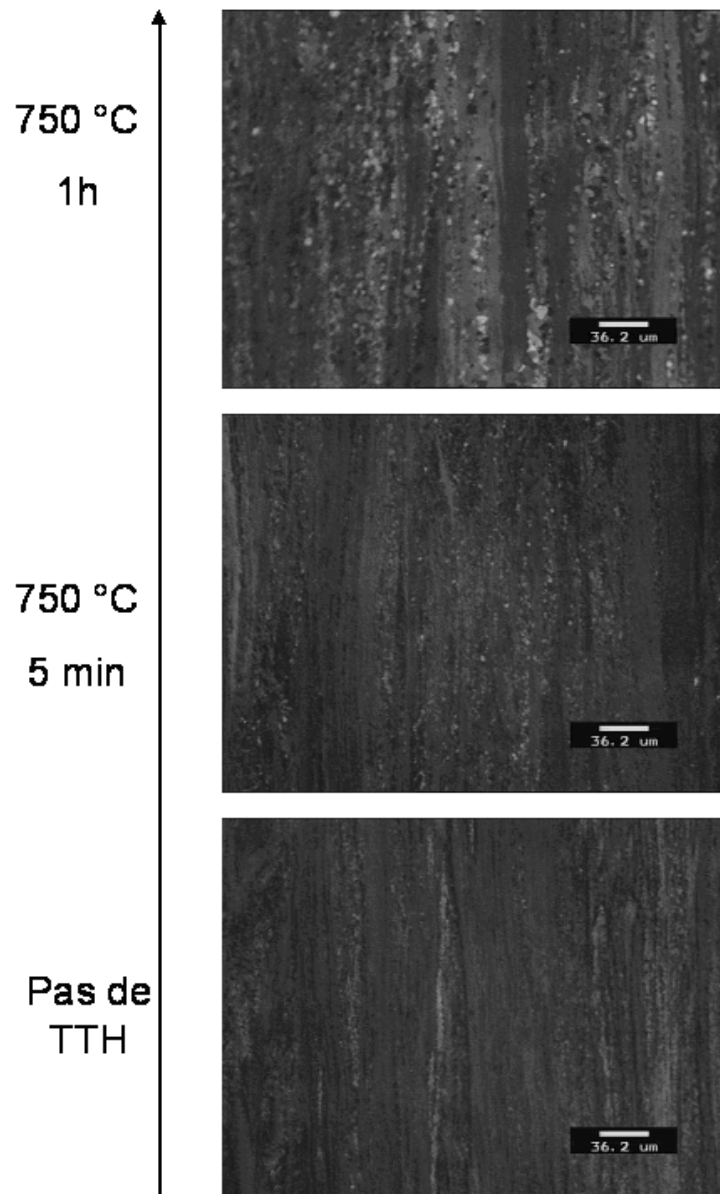


*Figure 106 : Microstructures en peau pour différentes conditions de filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$  suivi d'un traitement thermique à 750°C durant 5 minutes. Filage dans le sens vertical. Structure initiale  $\beta$  trempée*

En **Figure 106**, on peut observer qu'après un traitement thermique de 5 minutes à 750°C, le matériau a globalement très peu évolué (en particulier si on considère les résultats obtenus sur le Zircaloy-4, voir III.1.4).

Des traitements de 5 minutes à 750°C n'ayant pas provoqué d'évolution significative, nous avons réalisé un traitement d'une heure sur un échantillon (voir **Figure 107**). On constate qu'un long maintien en température génère des grains équiaxes aussi gros que ceux observés sur certaines micrographies de Zircaloy-4 (voir **Figure 52**). Ce qui ressemble à de la croissance de grain nécessite donc une échelle de temps nettement plus longue que pour le Zircaloy-4.

On constate notamment que les bandes de cisaillement observées sous peau sont bel et bien le siège de germination de nouveaux grains (voir **Figure 108**), de la même façon que pour le Zircaloy-4.



*Figure 107 : Microstructures en peau d'un barre filée à 700°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  ayant subi plusieurs traitements thermiques Sens du Filage vertical. Structure initiale  $\beta$  trempée.*

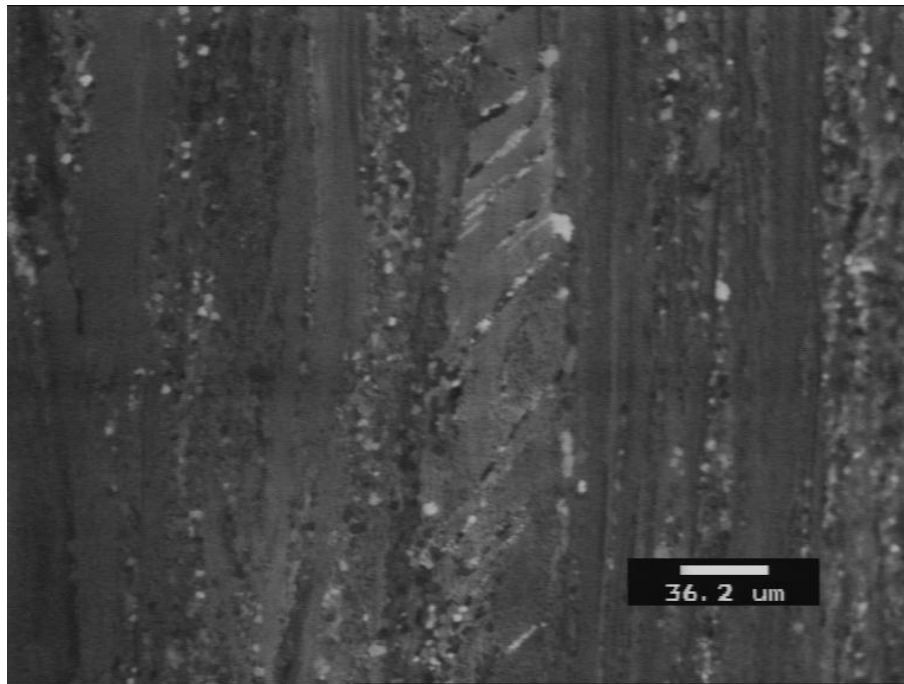


Figure 108 : Bandes de cisaillement à 0,5 mm sous peau dans une barre filée à 707°C,  $v_{ref}/10$  mm/s et  $\lambda = \lambda_{ref}$  suivi d'un traitement thermique de 1 h à 750°C. Sens de filage vertical.

*Structure initiale  $\beta$  trempée*

#### III.2.4.2. Etat initial : laminé à chaud.

Un traitement thermique de 5 minutes à 750°C° ne fait pas évoluer les structures de manière sensible. Ainsi, de la même façon que précédemment, un traitement d'une heure a été réalisé (voir **Figure 109**). Les grains semblent avoir grossi après ce traitement, mais de manière beaucoup moins nette que dans le cas d'un métal issu de la trempe. Ce résultat est intéressant car il semble indiquer que la topologie/morphologie de la structure joue un rôle important sur la cinétique de croissance de grain. Des mesures à échelles plus fines pourraient mettre en lumière les mécanismes exacts qui contribuent à freiner/stopper la croissance de grain, en particulier le rôle de la distribution spatiale des phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

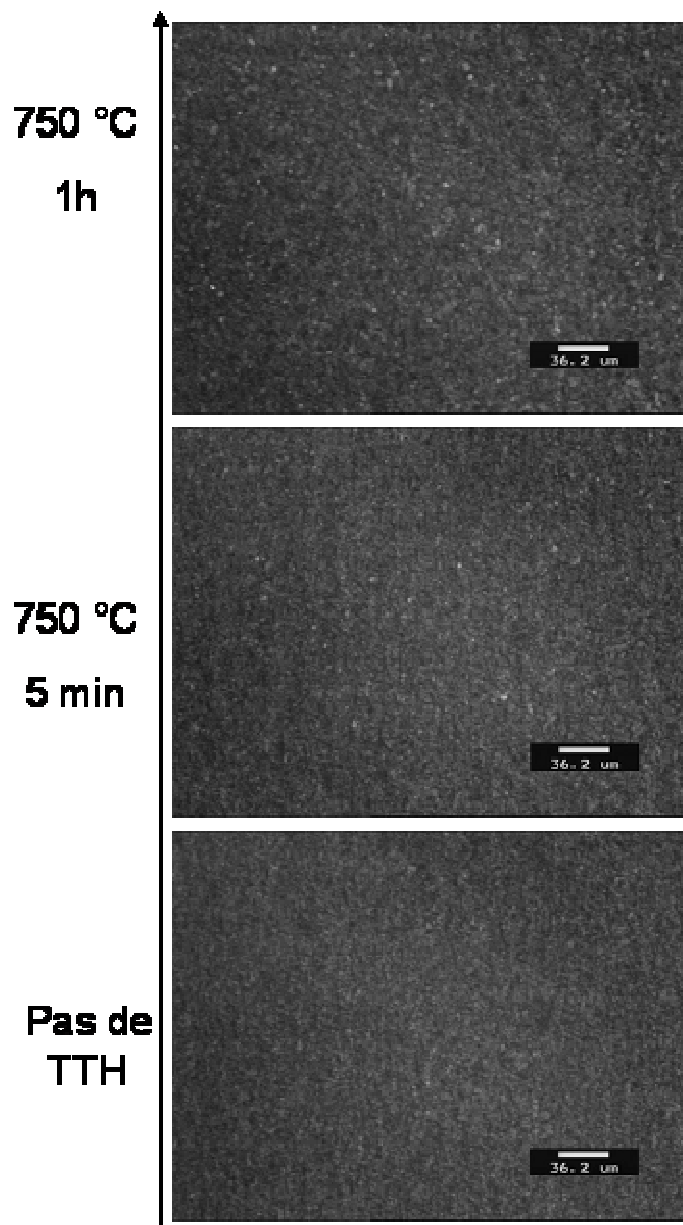


Figure 109 : Microstructures en peau de barres filées à 700°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  ayant subi des traitements thermiques plus ou moins longs. Sens de mini-filage vertical. Structure initiale issue du laminage à chaud.

#### III.2.4.3. Traitements thermiques comparatif Zr-1Nb / Zircaloy-4 en dessous du transus $\alpha/\alpha+\beta$ du Zr-1Nb.

La cinétique de croissance de grains  $\alpha$  très ralentie lors de traitements thermiques à 750°C sur l'alliage Zr-1Nb pourrait être expliquée par la présence de phase résiduelle  $\beta$  aux joints de grains  $\alpha$ . Pour tester cette hypothèse, des traitements thermiques à 580°C (en dessous de la température de transition  $\alpha/\alpha+\beta$  de 610°C du Zr-1Nb) sur Zircaloy-4 et Zr-1Nb ont été réalisés afin de comparer leur cinétique de croissance de grain alors que chacun des alliages est 100 % en phase  $\alpha$ . Les résultats présentés en **Figure 110** montrent tout d'abord que les cinétiques de croissance sont, à cette température, extrêmement lentes pour le

Zircaloy-4 comme pour le Zr-1Nb, puisqu'un traitement de 30 heures à 580°C ne permet d'obtenir qu'une très légère croissance de grain. Néanmoins, on note que les grains obtenus dans le cas du Zircaloy-4 restent plus gros que ceux obtenus pour le Zr-1Nb. Comme cette fois il n'existe pas en plus de la phase  $\alpha$  de phase  $\beta_{Zr}$  qui puisse gêner la croissance de grain dans le Zr-1Nb mais seulement une phase  $\beta_{Nb}$  présente en quantité beaucoup plus faible, on pourrait attribuer la différence de cinétique à une différence de force motrice : si la phase  $\beta$  est plus « molle » que la phase  $\alpha$  à la température de filage, elle doit concentrer la déformation. Lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , les dislocations accumulées dans la phase  $\beta$  doivent essentiellement disparaître. Cela laisse donc, en phase  $\alpha$ , une densité de dislocations plus faible que celle stockée dans le Zircaloy-4, et donc une force motrice plus faible.

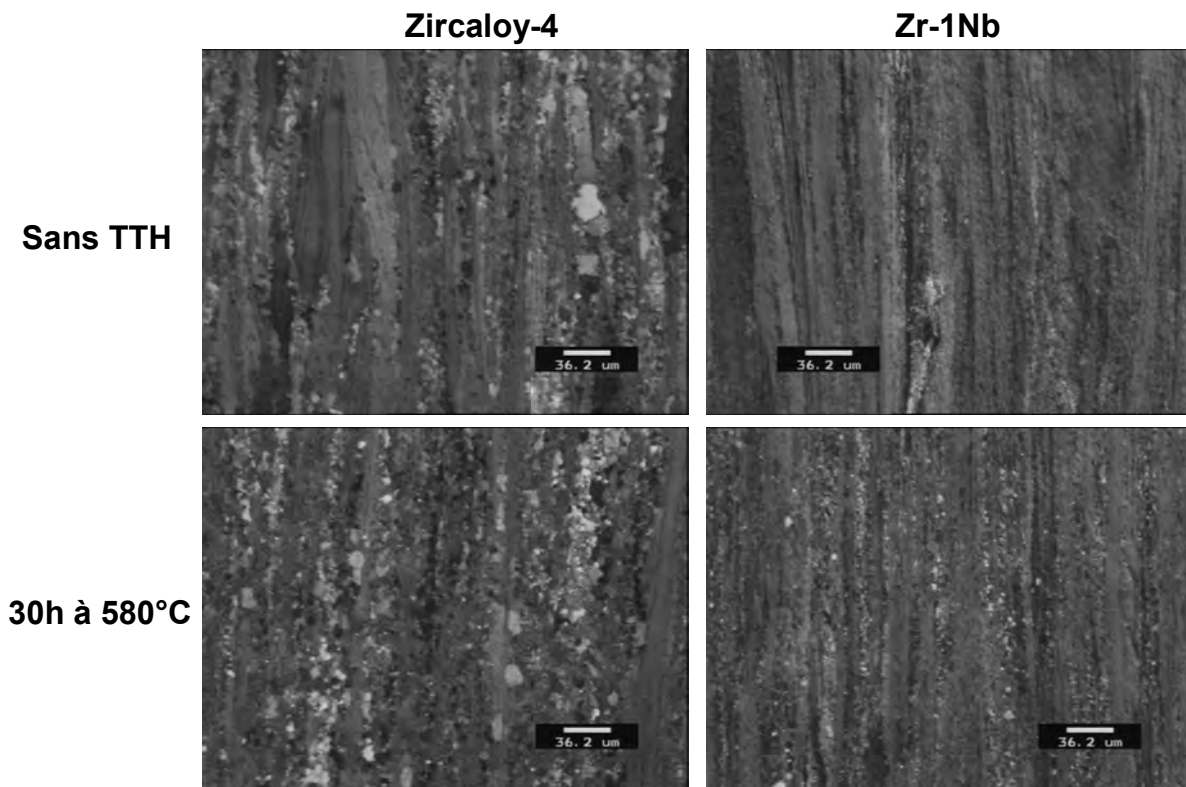


Figure 110 : Microstructures en peau de barres filées à 750°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ . Sens de mini-filage vertical.

### III.2.5. Essais de torsion.

De la même façon que pour le Zircaloy-4, cette campagne de torsion a été menée dans le but d'identifier certains paramètres du modèle microstructural présenté au chapitre IV. Cependant, contrairement au Zircaloy-4, la croissance de grain est très peu présente sur le Zr-1Nb, ainsi, aucun traitement thermique n'a été réalisé après les essais de torsion, les seuls résultats souhaités et obtenus étant les courbes contrainte déformation. De plus, du fait de la taille des structures, les quantifications microstructurales (fraction recristallisée, taille de

grain) sur le Zr-1Nb en microscopie optique sont impossibles. Le plan d'essais a donc été le suivant (à noter qu'il s'agit uniquement d'éprouvettes issues d'un matériau trempé- $\beta$ ) :

Conditions initiales		Conditions de déformation	
Prélèvement dans la billette de départ	Température en °C	Vitesse de déformation en s <sup>-1</sup>	Déformation
sous peau	675	0,2	1
sous peau	750	0,2	1
sous peau	750	0,6	1
sous peau	750	0,2/0,6 (sautes)	1
cœur	675	0,2	1
cœur	750	0,2	1
cœur	750	0,6	1
cœur	750	0,2/0,6 (sautes)	1

Tableau 12 : Plan d'essais de torsion pour le Zr-1Nb.

Après déformation, les éprouvettes présentent des torsades (voir **Figure 111**) de la même manière que pour le Zircaloy-4, indiquant une déformation hétérogène. A noter qu'au-delà des effets cristallographiques et morphologiques, le caractère biphasé du matériau peut avoir tendance à accentuer les hétérogénéités de déformation. En effet, une légère localisation de déformation va produire un échauffement local qui va contribuer à augmenter la proportion locale de phase  $\beta$ , et donc à rendre le matériau plus mou. La perturbation initiale va donc s'accroître : le matériau étant devenu plus mou dans zone locale  $\alpha+\beta$  plus riche en  $\beta$ , il va tendre à localiser davantage la déformation.

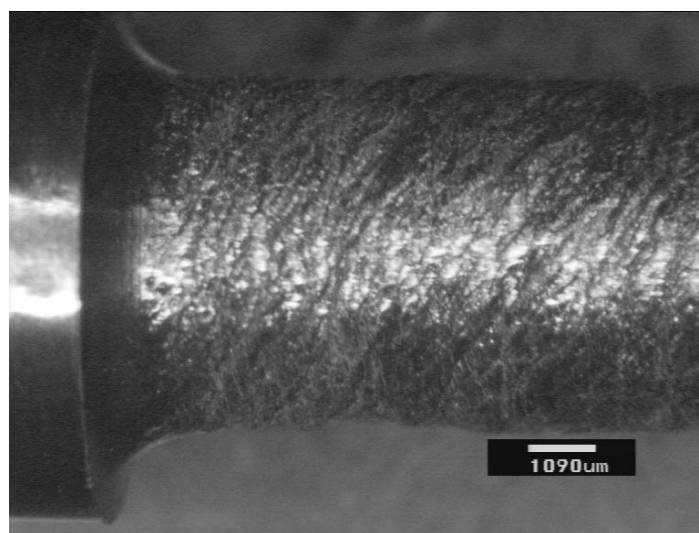


Figure 111 : Macrographie d'une éprouvette de torsion en Zr-1Nb. Présence de torsades

L'alliage présente un comportement rhéologique similaire à celui du Zircaloy-4 avec l'établissement assez rapide d'un plateau de contrainte suivi d'un léger adoucissement (voir **Figure 112**). Les niveaux de contrainte sont très proches pour des conditions similaires à ceux observés sur le Zircaloy-4 (environ 10 MPa de différence), néanmoins, c'est la contrainte

d'écoulement du Zr-1Nb qui est systématiquement plus faible. L'effet de la température et de la vitesse de déformation est clairement visible. Cependant, on note, contrairement au cas du Zircaloy-4, que la microstructure initiale a un effet quel que soient les conditions de déformation. En effet, dans le cas du Zircaloy-4, une influence de la vitesse de trempe n'était visible que dans les conditions de déformation les plus dures (voir III.1.5.1). Néanmoins, cet effet semble être accentué par la sévérité des conditions de déformation.

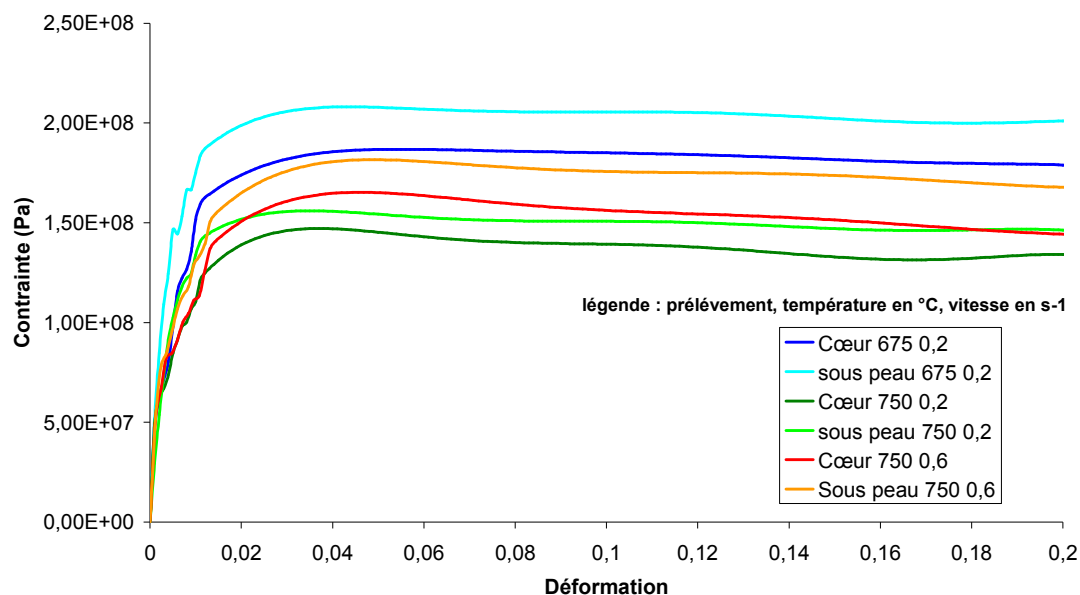


Figure 112 : Courbes contrainte déformation obtenues à partir d'essais de torsion monotones sur du Zr-1Nb.

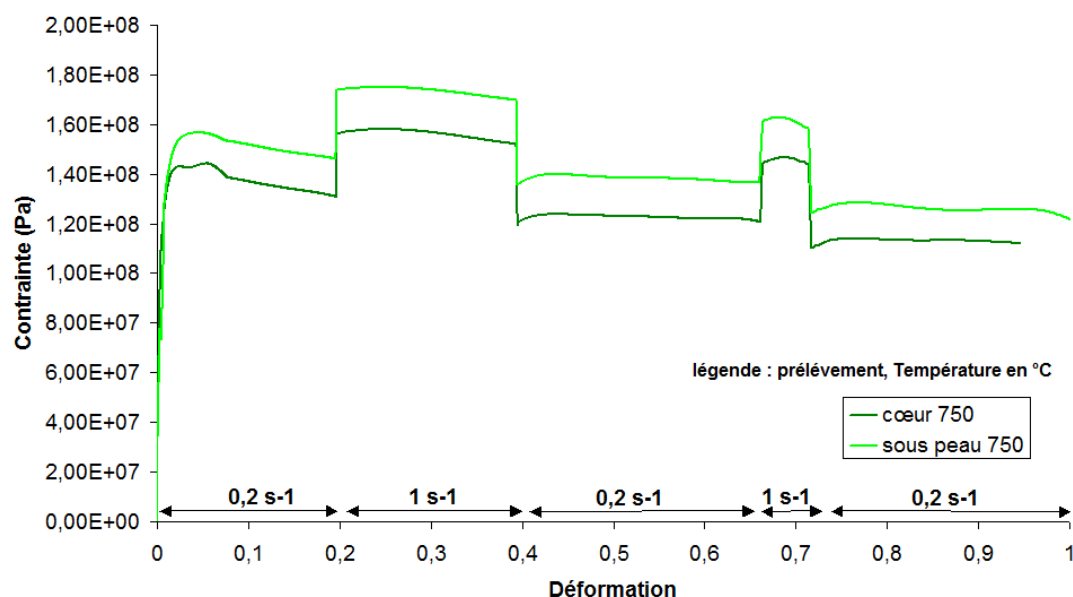


Figure 113 : Courbes contrainte déformation obtenues à partir d'essais de torsion avec sauts de vitesse sur du Zr-1Nb.



Par le même type de calcul que pour le Zircaloy-4 (voir III.1.5.1), on estime la sensibilité à la vitesse  $m$  et l'énergie d'activation thermique apparente  $Q$ . La valeur de  $m$  ainsi obtenue - autour de 0,13 - est légèrement inférieure à la valeur de 0,15 obtenue par Hersent [HER 04] à partir d'essais de torsion sur un alliage de structure initiale équiaxe.  $Q$  ne peut-être calculée ici que dans le domaine biphasé, la valeur obtenue est de 223 kJ/mol. A noter que les valeurs d'énergie d'activation apparente et de sensibilité à la vitesse obtenues ici sont assez proches des valeurs obtenues pour le Zircaloy-4 (voir III.1.5.1).

Les essais avec sauts de vitesse (voir **Figure 113**) montrent aussi une forte sensibilité à la microstructure initiale. Le comportement au cours des sauts de vitesse est identique à celui du Zircaloy-4, néanmoins, on note que la phase transitoire arrivant juste après le saut abrupt de contrainte conduit à une augmentation de la contrainte plus faible que pour le cas du Zircaloy-4.

### III.2.6. Discussion

Les observations faites en mini-filage montrent principalement que le Zr-1Nb semble subir une fragmentation et une réorientation des lamelles comparables à celles subies par le Zircaloy-4, mais avec une structure initiale et finale beaucoup plus fine. Ceci s'explique de plusieurs manières.

- D'une part, on ne retrouve pas d'amas lamellaires après déformation de la même façon que pour le Zircaloy-4, mais plutôt une structure duplex très fine alternant aiguilles et petits grains. Le fait qu'aucun amas ne subsiste pourrait s'expliquer par l'apparition de phase  $\beta_{Zr}$  autour de chaque aiguille ou lamelle lors du chauffage du lopin avant mini-filage. Ainsi chaque aiguille  $\alpha$  se comporterait comme une fibre dans un matériau composite où la déformation serait principalement accommodée par la phase  $\beta$  réputée plus molle [KAP 05]. Ainsi, il semble logique que la contrainte d'écoulement soit plus largement influencée par la microstructure initiale que dans le cas du Zircaloy-4. Néanmoins, de rapides quantifications d'image non présentées ici ont montré que le taux d'effacement de la structure initiale était supérieur au pourcentage de phase  $\beta$  aux températures de filage. Cela indique que, même si les aiguilles  $\alpha$  concentrent moins de déformation que pour le Zircaloy-4, les déformations imposées en mini-filage restent suffisantes pour entraîner la fragmentation d'une partie d'entre elles, probablement par recristallisation dynamique continue [MON 93].
- D'autre part, il semble qu'il n'y ait pas ou très peu de croissance de grain dans le domaine biphasé. Cela pourrait s'expliquer de trois manières différentes. (1) La présence de phase  $\beta$  entre les ex joints de lamelles empêcherait tout mouvement de joints de grains  $\alpha$  hors de l'ex lamelle, la croissance de grain se retrouvant ainsi confinée dans une zone d'épaisseur souvent bien inférieure à la dizaine de microns. La taille de la structure serait donc un facteur limitant la croissance. Néanmoins, la répartition de la phase  $\beta$  au moment du mini-filage n'est pas connue et une caractérisation de cette topologie est nécessaire pour valider cette hypothèse. (2) Si la

déformation se concentre préférentiellement dans la phase  $\beta$ , la déformation ET la vitesse de déformation effectives dans la phase  $\alpha$  sont réduites. En fin de déformation, la force motrice de croissance des grains en est donc réduite. (3) La présence de Nb en solution solide dans la phase  $\alpha$  pourrait diminuer la mobilité des joints de grain par rapport au Zircaloy-4.

- Enfin, en accord avec les travaux de Holm et al. [HOL 77], qui correspondent toutefois à des conditions de vitesse de déformation très différentes, la vitesse de déformation semble influencer sur la taille de grain lors des mini-filages dans le sens où plus la vitesse de déformation est faible, plus la taille de grain est grande.

### III.3. Caractérisation des conditions de lubrification.

Dans ce sous-chapitre sont présentés tous les résultats expérimentaux obtenus en mini-filage ou sur les essais de piégeage concernant les travaux sur la lubrification.

#### III.3.1. Etudes des forces de mini-filage.

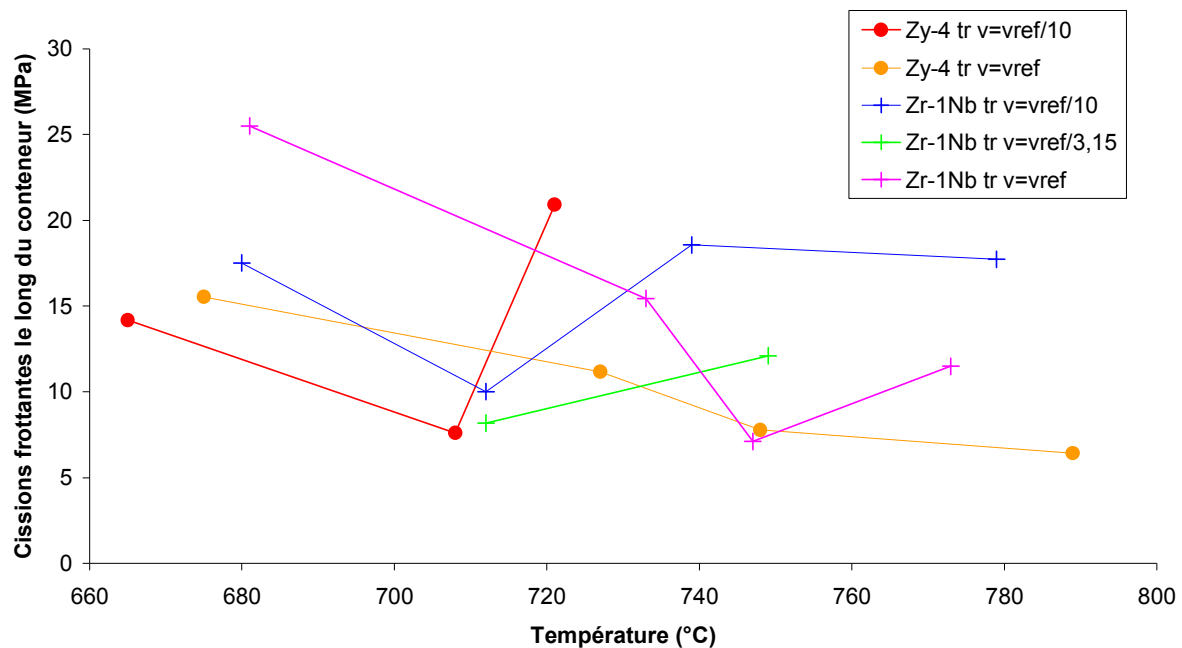


Figure 114 : Cissions frottantes le long du conteneur. Mini-filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

L'évolution des forces de mini-filage avec la course permet d'estimer la cission de frottement dans le conteneur dans diverses conditions de vitesse et température (voir **Figure 114**). A noter qu'il s'agit de mini-filages de rapport  $\lambda = \lambda_{ref}$  de métal issu de la trempe quel que soit l'alliage concerné. Les résultats sont difficiles à interpréter, car ils présentent des

dispersions conséquentes (voir II.1.3.2.4). Néanmoins, l'ensemble des résultats permet d'avancer (avec précaution) les conclusions suivantes :

- Plus la température est élevée, plus la cission de frottement est faible.
- Plus la vitesse de filage est importante, plus la cission de frottement est forte.
- Les cissions sont plus importantes pour le Zr-1Nb que pour le Zy-4.
- 

Il faut noter que tous les essais ont été faits avec le même conteneur et que sa surface intérieure n'a pas été repolie. Il y a donc très certainement eu dégradation de sa rugosité par usure, ce qui a dû entraîner une dégradation du frottement et explique au moins partiellement le caractère dispersé des résultats.

### ***III.3.2. Observation d'une ligne isochrone initialement normale à l'axe.***

Deux billettes courtes (de longueur 25 mm et 15 mm environ afin d'obtenir un lopin initial d'environ 40 mm comme pour un mini-filage classique) ont été assemblées avec un film de lubrifiant, puis mini-filées (voir II.1.2.4). Des coupes axiales successives ont été réalisées pour déterminer la position du marquage et la mesure de quatre rayons de l'interface de lubrifiant a été faite (voir **Figure 115**). Toutes les mesures sont ainsi reportées sur les graphiques des **Figure 116** et **Figure 117**. A noter que les valeurs reportées ici correspondent aux positions spatiales des interfaces entre l'anneau noir formé par le marquage et le métal les plus proches du diamètre extérieur de la barre. L'interface visualise la position finale d'une ligne isochrone initialement perpendiculaire à l'axe de la billette.

On note tout d'abord que ces profils sont perturbés, probablement du fait des hétérogénéités de déformation de la structure trempée. Ensuite, on observe un comportement particulier au niveau de l'axe de la billette (lorsque  $r$  tend vers 0). En effet, plutôt que de former un profil pseudo parabolique, l'interface billette / lubrifiant montre une singularité probablement due au fait que la présence de lubrifiant modifie l'écoulement du métal.

Enfin, en comparant les graphiques obtenus pour le Zircaloy-4 et le Zr-1Nb, on remarque que l'isochrone du Zr-1Nb est plus long que celui du Zircaloy-4, cela peut être dû à la différence d'alliage mais aussi peut être à la température qui n'est pas exactement la même.

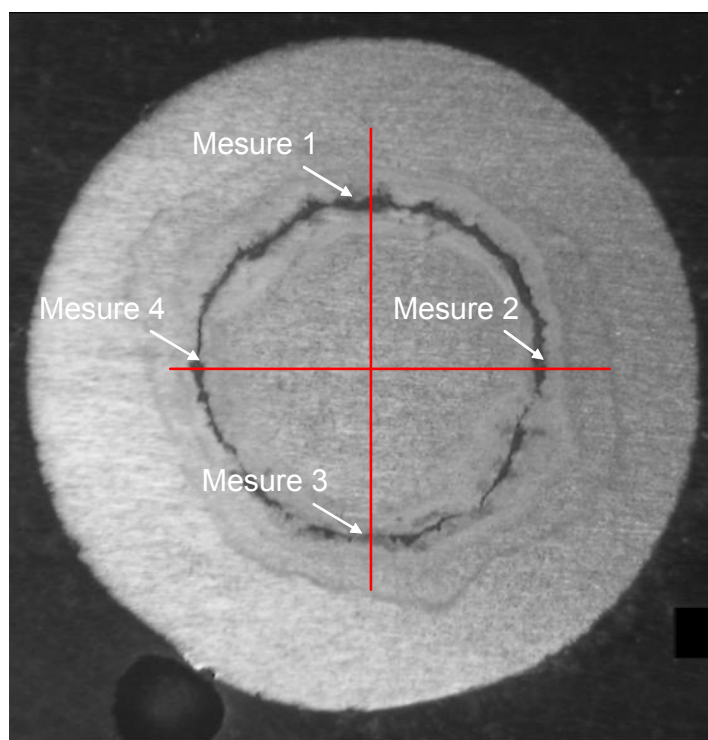


Figure 115 : Coupe d'une billette composite au niveau du marquage.

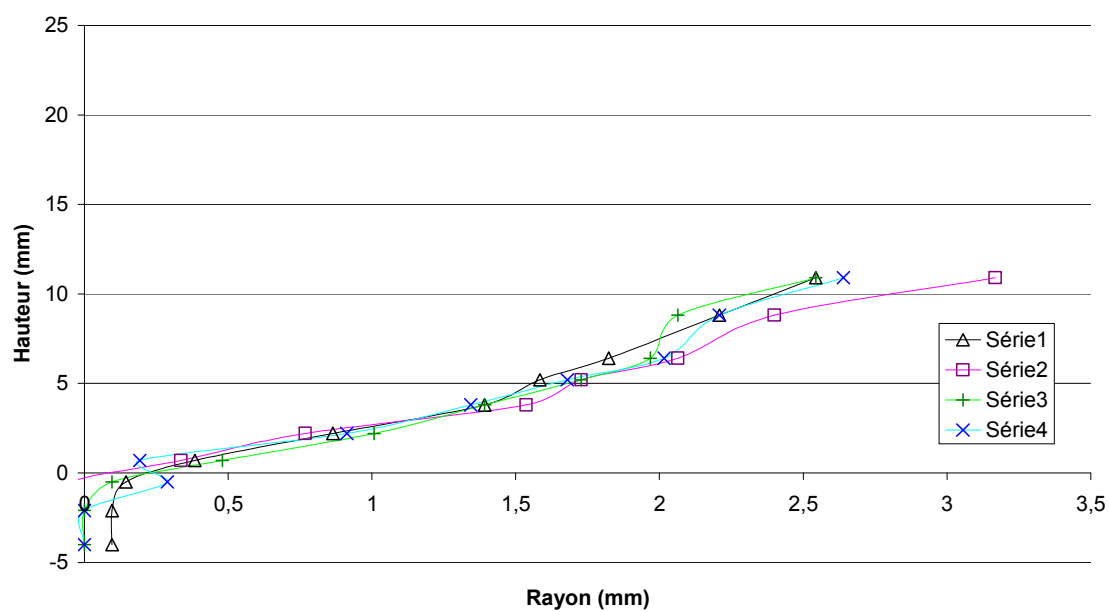


Figure 116 : Profil du marqueur de déformation sur un mini-filage de Zircaloy-4 trempé à  $739^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

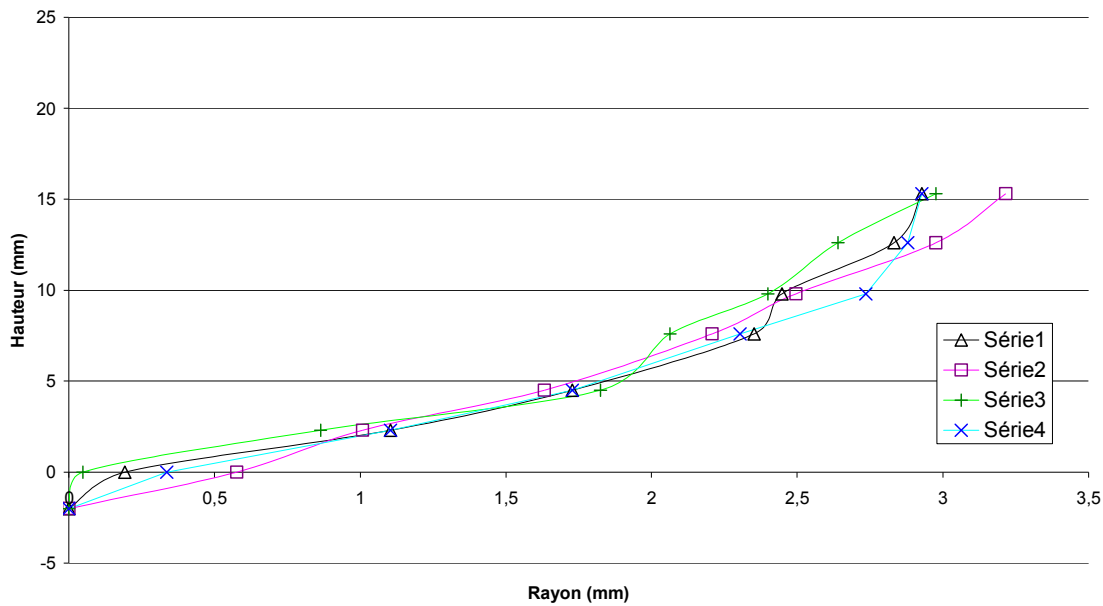


Figure 117 : Profil du marqueur de déformation sur un mini-filage de Zr-1Nb trempé à  $725^{\circ}\text{C}$ ,  $v_{\text{ref}}$  et  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ .

### III.3.3. Essais de piégeage.

#### III.3.3.1. Caractérisation à l'aide des essais de piégeage de lubrifiant.

Les divers essais de piégeage fournissent les résultats suivants (voir **Figure 118**). Un effet de la température et de la vitesse est très nettement visible : la cisssion moyenne diminue quand la température augmente ou quand la vitesse d'écrasement diminue.

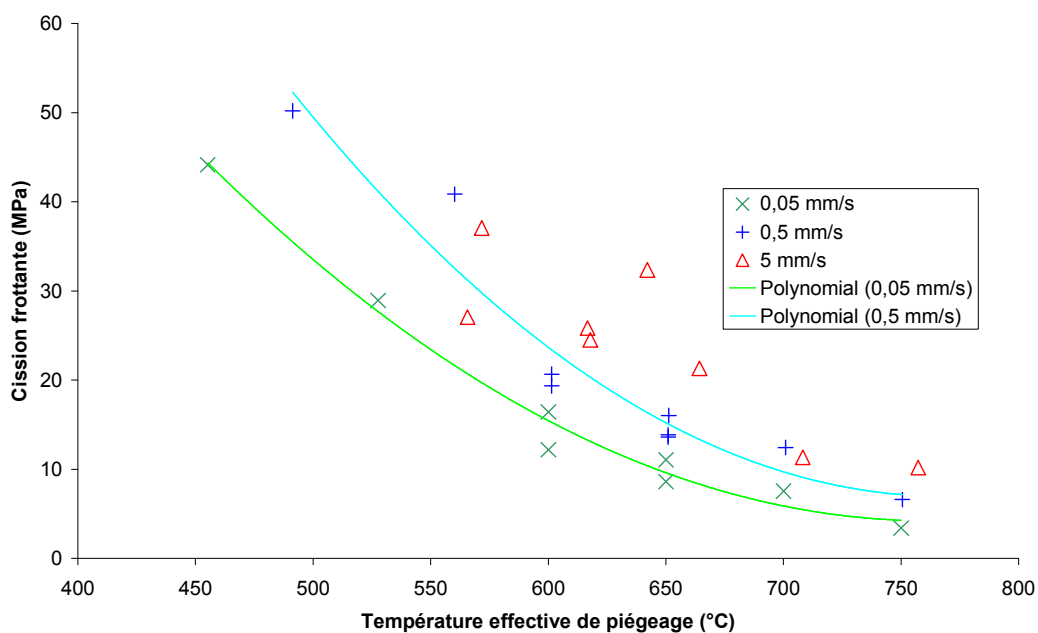


Figure 118 : Evolution de la contrainte de cisaillement moyenne du lubrifiant.

### III.3.3.2. Mesure de conductivité thermique du lubrifiant.

Les essais qui ont été réalisés avaient pour but de fournir un ordre de grandeur de la conductivité thermique du lubrifiant aux températures les plus proches de celles des essais de piégeage. Cependant, l'appareillage disponible ne permet pas de monter suffisamment haut en température. Ainsi, trois mesures entre 200 et 350°C ont été réalisées (voir **Tableau 13**) ; elles permettent d'estimer la conductivité thermique à environ  $4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Pour la suite des travaux c'est la valeur de  $3,8 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (moyenne des résultats obtenus) qui sera utilisée.

Température (°C)	$\lambda$ (W/m.K)
240	4,0
301	3,7
335	3,9

Tableau 13 : Résultats des mesures de conductivité thermique du ML133.

### III.3.3.3. Détermination de la rhéologie du lubrifiant

La détermination des paramètres rhéologiques du lubrifiant à partir des essais de piégeage a été faite à l'aide de l'analyse présentée au chapitre II. La méthode est la suivante : pour chaque essai la cisssion frottante moyenne est estimée à la température effective de piégeage (voir II.6.2.3), en utilisant la relation :

$$\tau = K\dot{\gamma}^s \exp(-\delta(T - T_0)) \quad (\text{Équation 73})$$

Les paramètres rhéologiques  $K$ ,  $s$ ,  $\delta$  sont ensuite déterminés numériquement pour minimiser l'écart entre les cisssions moyennes calculées et celle mesurées et présentées précédemment (**Figure 118**) en se basant sur l'analyse de l'essai de piégeage présenté au 2.6.2. Le graphique de la **Figure 119** montre la dispersion des données expérimentales par rapport aux valeurs du modèle : l'accord est assez satisfaisant.

Les paramètres obtenus avec les paramètres thermiques suivants :  $\lambda = 3.8 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ,  $C_p = 650 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et  $\rho = 1500 \text{ kg/m}^3$  sont ainsi :

- $T_0 = 0 \text{ K}$
- $K = 1359 \text{ MPa.s}^{0,11}$
- $s = 0,11$
- $\delta = 0,0077 \text{ K}^{-1}$

A noter que  $K$  et  $T_0$  ne peuvent pas être déterminés de manière découplée et c'est pourquoi  $T_0$  a été fixé à 0 K.

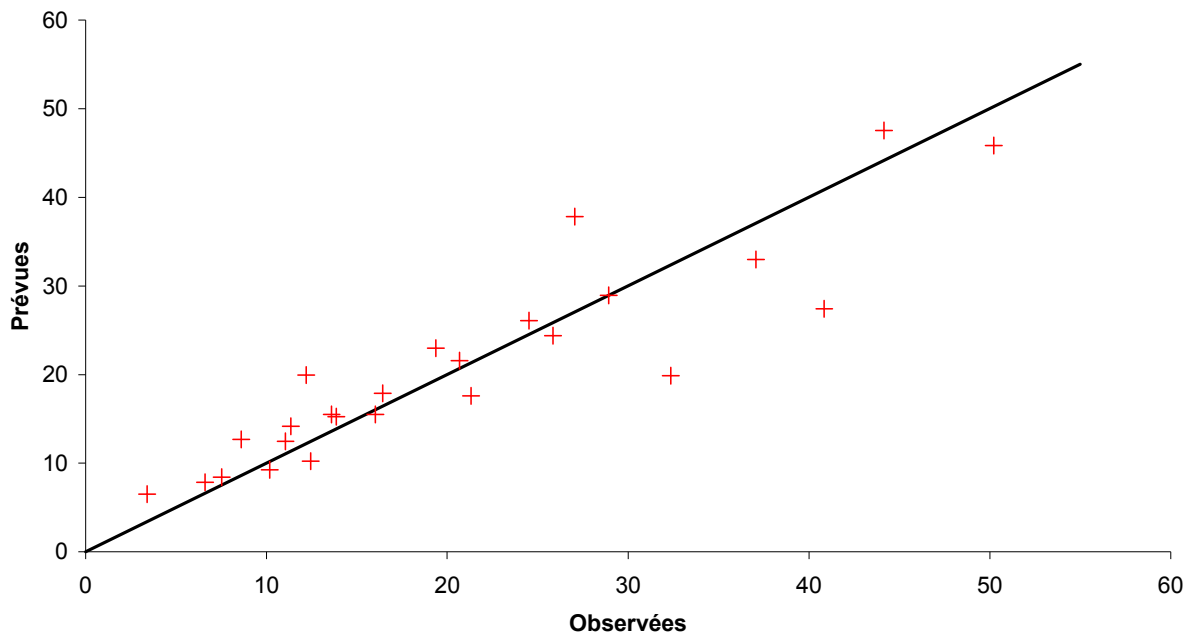


Figure 119 : Comparaison entre les cissions mesurées et les cissions calculés.

#### III.3.3.4. Validation de l'approche par simulation numérique.

Pour valider l'analyse théorique du piégeage proposée ci-dessus, une simulation numérique sous Forge 2005<sup>®</sup> a été effectuée. La modélisation d'un tel essai pose plusieurs problèmes difficiles :

- Les phénomènes mécaniques et thermiques se passent à des échelles très différentes dans le film lubrifiant et dans le lopin métallique ; afin de limiter le nombre total d'éléments, nous avons dû réaliser un maillage fortement hétérogène.
- La dégénérescence des éléments du film lubrifiant qui est éjecté impose un paramétrage adéquat de la procédure « kill element ».
- De nombreux remaillages sont nécessaires (205 pour le cas de la **Figure 120**), d'où une forte augmentation du temps de calcul (3 jours sur PC pentium 4 3,2GHz pour le cas de la **Figure 120**).
- Les données relatives au lubrifiant sont les suivantes : conductivité thermique  $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , chaleur spécifique  $650 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , masse volumique  $1500 \text{ kg/m}^3$  et une loi de comportement thermoviscoplastique  $\tau = K\dot{\gamma}^s \exp(-\delta(T - T_0))$  avec  $K=4780 \text{ MPa.s}^s$ ,  $s=0,224$ ,  $\delta=0,0081 \text{ K}^{-1}$  et  $T_0=0 \text{ K}$ . A noter que ces données ont été identifiées à partir des données expérimentales de piégeage en considérant une conductivité de  $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  lorsque les mesures de conductivité sur le lubrifiant n'avaient pas encore été réalisées : la comparaison avec les résultats

définitifs montre toute l'importance d'une bonne prise en compte des effets thermiques

- Les données relatives au métal sont les suivantes : conductivité thermique  $20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , chaleur spécifique  $360 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , masse volumique  $6500 \text{ kg/m}^3$  et une loi de comportement viscoplastique  $\sigma_0 = A_1 \dot{\varepsilon}^m$  avec  $A_1=165 \text{ MPa.s}^{0,1885}$  et  $m=0,1855$ .
- Le contact entre le lubrifiant et le lopin est supposé collant et avec un coefficient de transfert  $h_c=2000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  (valeur élevée simulant un contact parfait thermiquement).
- L'ensemble du montage est dans une ambiance à  $600^\circ\text{C}$  avec laquelle les échanges de chaleur se font par convection avec un coefficient d'échange de  $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  et par rayonnement moyennant une émissivité de 1.

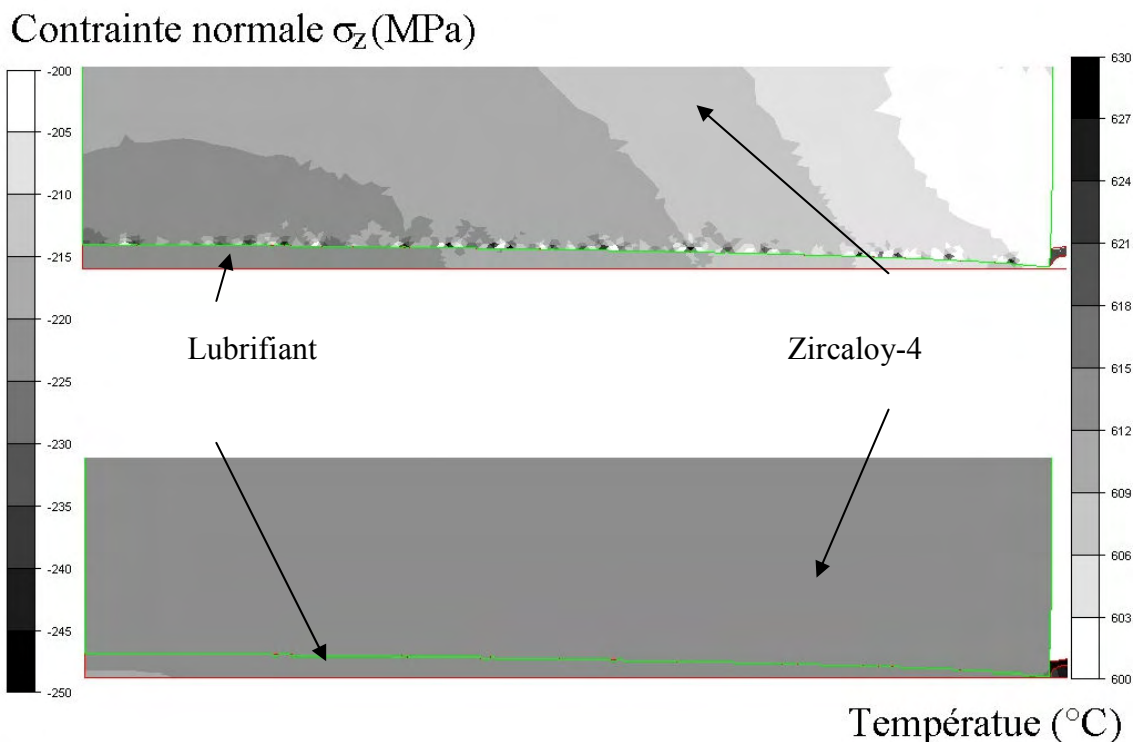


Figure 120 : Contrainte normale  $\sigma_z$  (en haut, échelle à gauche) et température (en bas, échelle à droite) après un écrasement de 27 %.

Les résultats de la simulation numérique montrent un véritable piégeage du film de lubrifiant lorsque l'écrasement du métal atteint 25 %. Ce résultat est en assez bon accord avec l'expérience. Si dans les modèles simples, on considère que le piégeage est effectif beaucoup plus tôt, lors des essais, où la déformation est de l'ordre de 30%, le piégeage n'est en fait pratiquement jamais réalisé complètement. On note par ailleurs que la pression est à peu près uniforme dans le film.

En revanche, l'épaisseur moyenne du film piégé est plus faible que l'épaisseur mesurée d'environ 40 % ; en outre, le profil d'épaisseur calculé est parabolique alors que selon les observations l'épaisseur est relativement uniforme, bien que localement très perturbée. L'analyse du piégeage prévoit un échauffement 3 fois supérieur à la valeur donnée



par le calcul. Enfin, les cissions maximales atteintes pendant l'écrasement correspondent à des valeurs 2 fois inférieures aux cissions présentées précédemment.

Ces différences sont importantes, mais cohérentes entre elles puisqu'une cission sous-estimée génère un écoulement plus facile du film, une épaisseur piégée plus faible et une énergie dissipée plus faible, donc un échauffement plus faible. Elles peuvent être dues aux incertitudes numériques induites par un maillage trop grossier du film lubrifiant. Par ailleurs, d'autres causes d'écart théorie-expérience existent : modèle de déformation du métal peut-être trop schématique, incertitude sur la rhéologie du métal. Une comparaison des courbes force-déplacement durant l'essai donnerait des éléments supplémentaires d'évaluation des modèles. En l'état actuel, le modèle analytique semble une base assez raisonnable de dépouillement de l'essai.

### III.3.4. Discussion.

La valeur moyenne des cissions de frottement sur la **Figure 114** est de 15 MPa : comme la pression dans le conteneur est de l'ordre du GPa (valeur obtenue par simulation numérique éléments finis, voir IV.1), cela correspond à un coefficient de frottement de Coulomb de l'ordre de  $\mu=0.015$  cohérent pour un contact bien lubrifié [FEL 08].

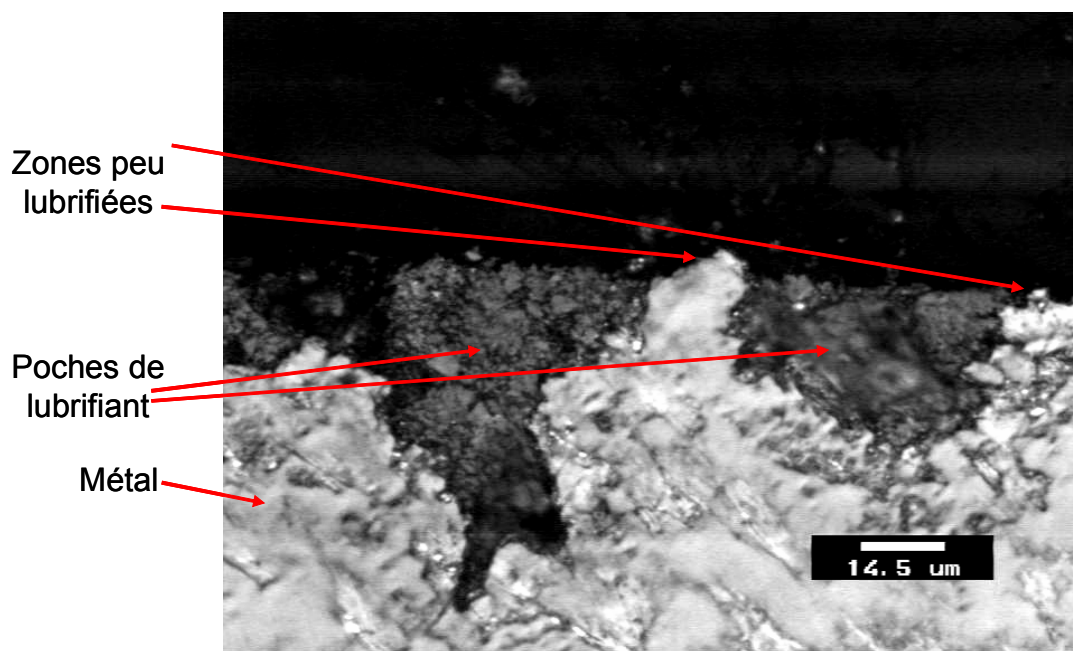


Figure 121 : Profil de lubrifiant sur une barre de Zr-1Nb trempé mini-filée à 708°C,  $v_{ref}$  et

$$\lambda = \lambda_{ref}.$$

Néanmoins, il est surprenant de constater que le frottement semble plus important dans le cas du Zr-1Nb que dans le cas du Zircaloy-4 alors que sa contrainte d'écoulement est plus faible dans les mêmes conditions thermomécaniques (voir III.2.5). Cependant, il apparaît que la lubrification n'est pas parfaitement hydrodynamique (voir **Figure 121**) et que, au moins dans certains cas, on se trouve plutôt dans un régime mixte de lubrification qui prévaut [FEL

**08]** Ainsi, la structure biphasée du Zr-1Nb dans les conditions de filage pourrait générer des déformations plus hétérogènes qui accentueraient la rugosité du métal à l'interface avec le lubrifiant, favorisant ainsi les contacts directs métal/outil et ainsi augmentant les cisssions de frottement.

Enfin, les profils de billettes collées observés, en particulier sur l'axe de la billette, laissent penser que la présence de ce marquage modifie peut-être l'écoulement de la matière et qu'ainsi, les profils obtenus ne correspondent pas exactement à un isochrone du mini-filage.

### *III.4. Résumé du chapitre.*

Les caractérisations expérimentales de barres de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  puis mini-filées ont permis de mettre en évidence une évolution de microstructure en deux temps avec une fragmentation en cours de déformation par CDRX suivi d'une croissance de grain métadynamique après déformation. Nous avons pu observer que cette croissance se produisait en deux temps.

- Du fait des hétérogénéités de déformation d'un amas lamellaire à l'autre, la fragmentation se produit préférentiellement dans certains amas. Ainsi, lors de la première phase, les grains fragmentés, en grand nombre dans les amas lamellaires les plus déformés, croissent très rapidement dans ces mêmes amas conduisant très rapidement à une recristallisation complète dans ces zones.
- On assiste ensuite à un fort ralentissement de la progression de la recristallisation. En effet, les zones les plus déformées sont alors totalement recristallisées. De plus, dans les zones moins déformées avec moins de grains issus de la fragmentation et moins d'énergie stockée par la déformation, motrice de la recristallisation, la croissance des grains recristallisés est beaucoup plus lente.

Ce comportement microstructural sera dans le chapitre suivant, à la base de la construction du modèle.

Les caractérisations du Zr-1Nb montrent que celui-ci présente une microstructure plus fine que le Zircaloy-4. Cela est partiellement dû au fait que les microstructures initiales sont plus fines mais aussi parce qu'il semble qu'il n'y ait pas de croissance de grain. En effet, le Zr-1Nb étant biphasé aux températures de filage, on explique cette absence de croissance par la présence d'un liseré de phase  $\beta_{Zr}$  autour des lamelles qui bloquent le mouvement de joints de grains  $\alpha$  par effet d'ancrage.

Les caractérisations tribologiques au mini-filage montrent une grande dispersion des conditions de frottement dans le conteneur. On montre aussi qu'une ligne isochrone initialement normale à l'axe présente une sensibilité au frottement au cours de la déformation mais aussi une sensibilité à la nature de l'alliage.

Enfin, une caractérisation rhéologique du lubrifiant principal a été faite au moyen d'essais de piégeage, celle-ci servira dans le chapitre suivant à modéliser le frottement en filage.

## Chapitre IV : Modélisation.

Dans ce chapitre sont présentés les travaux de modélisation : d'abord la modélisation des évolutions microstructurales lors du filage à chaud d'alliage de zirconium ; puis les travaux effectués sur la lubrification de l'opération. Ainsi, sur les bases des conclusions du chapitre III, le modèle microstructural est tout d'abord présenté puis son application au Zircaloy-4. Seule une ébauche d'application au Zr-1Nb sera faite à cause du manque de données quantitatives.

Avant tout cela, une brève présentation de la simulation numérique du filage à chaud, outil essentiel des modélisations métallurgiques et tribologiques, est faite.

## IV.1. Simulation numérique du procédé par la méthode des éléments finis.

Dans le but d'obtenir les évolutions des paramètres thermomécaniques durant l'opération de mini-filage, des simulations numériques ont été réalisées à l'aide du code de calcul par éléments finis Forge2005<sup>®</sup> à partir des travaux réalisés par Barranx [BAR 03].

Il s'agit d'un modèle 2D axisymétrique avec 3 corps différents (voir **Figure 122**) :

- Le lopin, corps 2D déformable.
- L'outil (conteneur+filière), corps 1D indéformable et fixe.
- Le poussoir corps 1D indéformable et mobile, avec une vitesse de translation constante égale à la vitesse de filage.

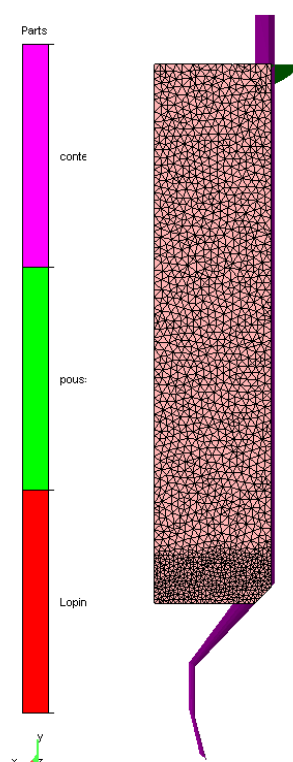


Figure 122 : Modèle éléments finis du mini-filage.



Figure 123 : Maillage au niveau de la filière pendant le mini-filage.

Le code Forge2005® donne la possibilité de réaliser un maillage non homogène sur le lopin et ainsi de suivre plus finement ce qui se passe dans les zones où les vitesses de déformation sont importantes (voir **Figure 123**). Il s'agit d'une formulation de type Lagrangien réactualisé, permettant le calcul d'une telle opération moyennant l'utilisation régulière d'un remailleur automatique.

Le métal est assimilé à un corps élasto-visco-plastique, sa contrainte d'écoulement étant déterminée point par point à partir d'un tableau de valeurs expérimentales paramétré en fonction de la température et de la vitesse de déformation établi à partir de données issues d'essais de torsion et de compression. Les conditions aux limites mécaniques entre le lopin et l'outil sont caractérisées par une loi de frottement de type Coulomb limité Tresca (coefficient de Tresca de 0,1 dans le conteneur et de 0,26 en filière). A noter que ces valeurs sont cohérentes en terme d'ordre de grandeur avec les cisssions calculés au III.3.1. Le contact lopin / poussoir est quant à lui considéré sans frottement. Thermiquement, l'outil ainsi que le poussoir sont considérés comme des corps semi infinis, de température uniforme, et caractérisés par leur effusivité, l'échange avec le lopin est régi par une résistance thermique entre les deux corps. Le calcul est ensuite effectué par un solveur implicite prenant en compte le couplage thermomécanique, donc restituant les effets d'auto échauffement dus à la déformation. Les calculs qui sont réalisés en simulation numérique correspondent à des conditions réelles de mini-filage. Ainsi, la température initiale du lopin correspond à celle mesurée lors des expérimentations et celle des outils correspond à la valeur mesurée par le thermocouple placé en filière.

Cette modélisation élément fini a été validée par comparaison avec les efforts de filage en conditions industrielles par Barranx [BAR 03] et en mini-filage par Minvielle [MIN 04 2]. Aucune validation quant à la déformation subit par le métal n'a été faite, néanmoins, dans la mesure où l'écoulement est entièrement "prescrit" par la forme de la filière, la sensibilité aux données d'entrée telles que la rhéologie ou les conditions de frottement est faible.

Les évolutions thermomécaniques en filière sont présentées sur la **Figure 124**. On voit notamment l'effet important, même en mini-filage, de l'auto échauffement. On observe aussi très nettement un maximum très localisé de vitesse de déformation et l'hétérogénéité de déformation de la barre filée en fin d'opération.

En **Figure 125** sont présentées les histoires thermomécaniques du cœur et de la peau du métal pour les mêmes conditions de mini-filage qui seront utilisées par la suite pour la modélisation microstructurale.

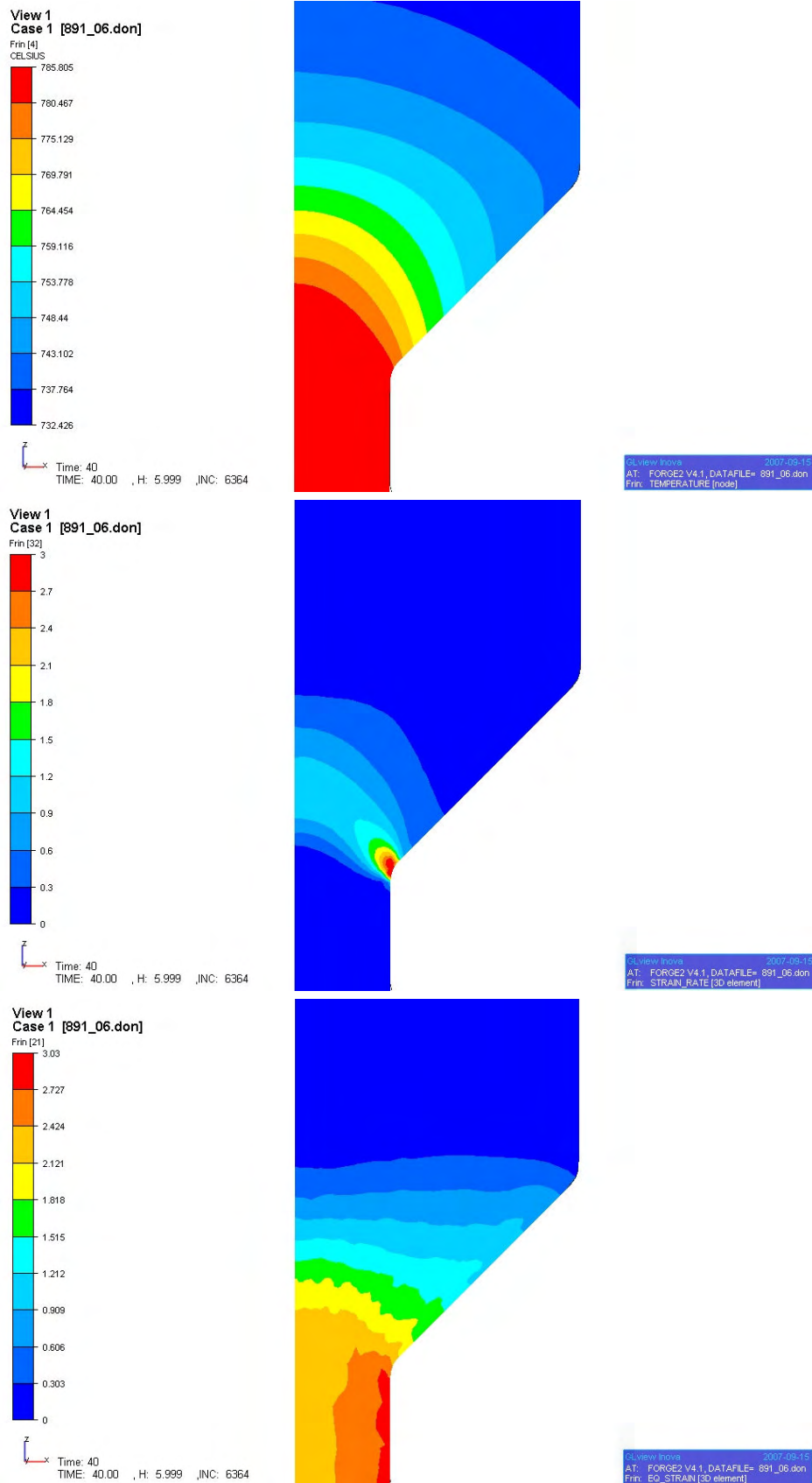


Figure 124 : Température (en haut), vitesse de déformation (au milieu) et déformation équivalente (en bas) en filière, au 2/3 d'un mini-filage à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  sur du Zircaloy-4, température initiale du lopin 730°C.

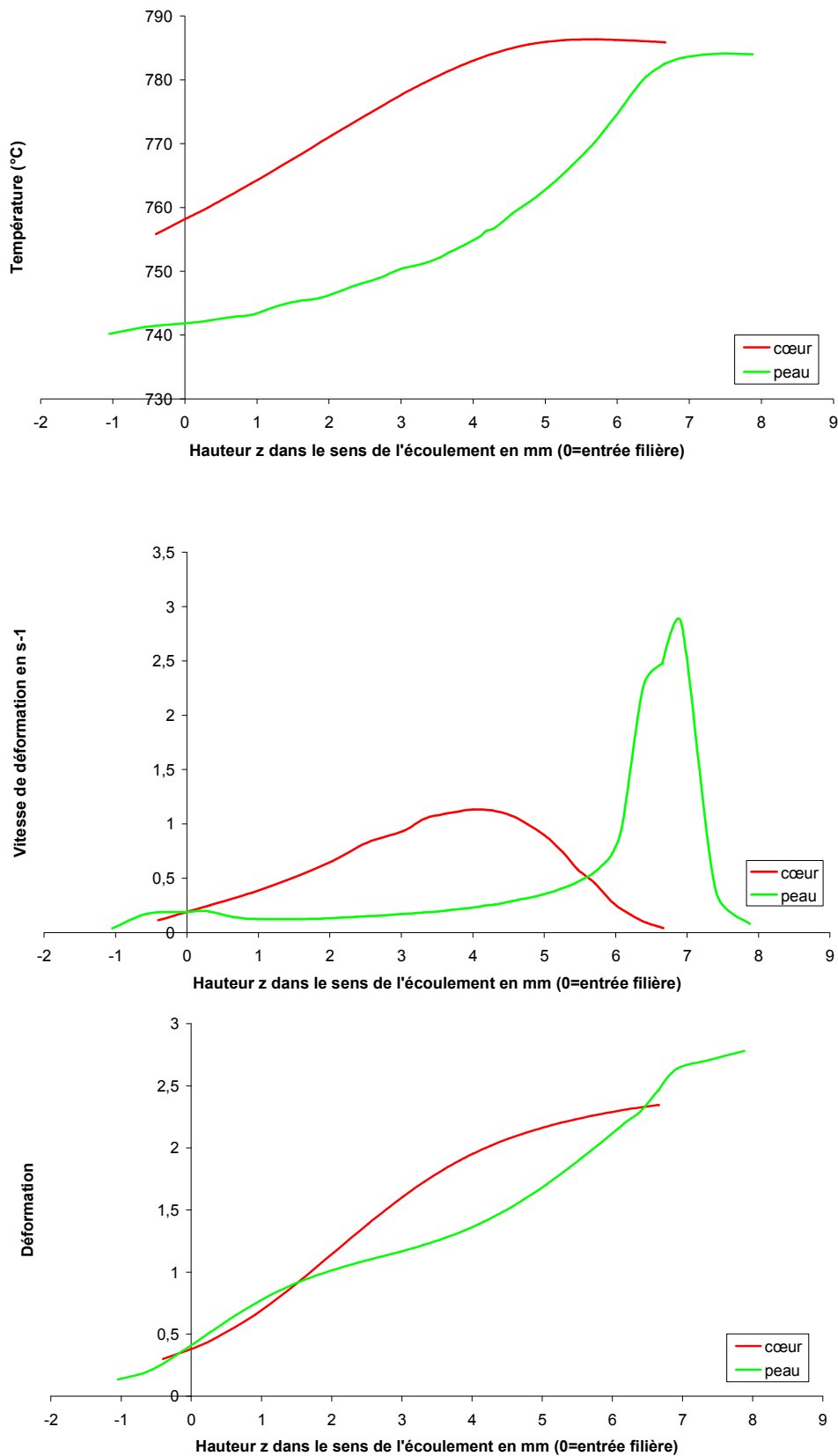


Figure 125 : Evolution de la température (en haut), vitesse de déformation (au milieu) et déformation équivalente (en bas) d'un point matériel situé à cœur et en peau durant le passage en filière du 2/3 d'une barre en mini-filage à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  sur du Zircaloy-4, température initiale du lopin 730°C.

## IV.2. Modèle d'évolutions microstructurales dynamiques et métadynamiques.

Le modèle microstructural est bâti sur l'hypothèse que les effets dynamiques et post- (ou méta-) dynamiques peuvent être séparés selon le schéma suivant :

- Durant la déformation à chaud on suit l'évolution de la densité de dislocations et du nombre de germes potentiels pour la recristallisation métadynamique avec une approche basée sur le modèle de Gourdet-Montheillet **[GOU 03]**, qui décrit la recristallisation dynamique dite continue. La déformation est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière, ce qui constitue une hypothèse très forte puisqu'on néglige les effets d'orientation cristallographique, ainsi que les effets morphologiques et topologiques.
- Après la déformation, les évolutions métadynamiques sont décrites par un modèle de croissance métadynamique de grain, considérant comme conditions initiales les résultats du modèle précédent, dit de fragmentation. Ce modèle utilise les hypothèses d'Avrami **[AVR 39 & AVR 40]**, mais en gardant les équations sous forme différentielle afin de pouvoir prendre en compte des conditions thermomécaniques variables de filage. Le lien entre le modèle de fragmentation et le modèle de croissance se fait à travers la densité de germes potentiels, mais aussi à travers la densité de dislocations, qui détermine la vitesse de croissance des grains (en phase primaire).

### ***IV.2.1. Modèle d'écrouissage.***

L'évolution de la densité de dislocations est un paramètre important du modèle puisqu'il constitue en quelque sorte le « moteur » de la recristallisation dynamique continue. La calibration des équations correspondantes est faite en partie à partir de courbes contrainte déformation issues des essais de torsion présentés en section 3.1.3.1. Cependant, les essais de torsion avec sauts de vitesse ont montré (voir 3.1.3.1) que l'évolution de la contrainte d'écoulement n'est pas seulement liée à la sous structure de dislocations. Plusieurs auteurs supposent que la contrainte d'écoulement pour des métaux CFC est la somme d'une contrainte interne liée à la sous structure et d'une contrainte effective qui traduit les effets de vitesse et de température sur le mouvement des dislocations **[KLE 75, ROB 73 & BER 69]**. Buy et al. **[BUY 97]** proposent ainsi une telle loi additive et identifient les paramètres de cette loi à l'aide d'essais de torsion. On adopte donc une loi additive :

$$\sigma = \sigma_v + \sigma_\rho \quad \text{(Équation 74)}$$

où  $\sigma$  est la contrainte d'écoulement,  $\sigma_v$  la contrainte effective liée au mouvement « visqueux » des dislocations, et  $\sigma_\rho$  la contrainte interne liée à la sous structure de dislocations.



La relation de Klepaczko [KLE 75] permettant d'exprimer  $\sigma_v$  est établie pour une déformation à froid ; elle pose des problèmes lorsqu'on l'extrapole aux hautes températures. Par conséquent nous choisissons d'utiliser la relation plus simple et classique suivante :

$$\sigma_v = k_v \varepsilon^{\bullet m_v} e^{-m_v Q_v / RT} \quad (\text{Équation 75})$$

où  $k_v$  est une constante,  $m_v$  la sensibilité à la vitesse de déformation,  $Q_v$  l'énergie d'activation du mouvement des dislocations,  $T$  la température absolue et  $R$  la constante des gaz parfaits. A noter qu'ainsi, la contrainte effective est une fonction croissance de la température ce qui traduit le fait que l'amplitude des sauts de contrainte observés expérimentalement au paragraphe III.1.5 lors d'essais de torsion avec sauts de vitesse croît avec la température.

La contrainte interne est définie par la densité de dislocations [LAA 91] :

$$\sigma_\rho = \alpha_0 \mu(T) b \sqrt{\rho} \quad (\text{Équation 76})$$

où  $\alpha_0$  est une constante de l'ordre de  $1/2$ ,  $b$  le vecteur de Burgers et  $\mu(T)$  le module élastique de cisaillement qui dépend de la température. A noter que  $\alpha_0$  peut prendre des valeurs plus faibles, en particulier dans le cas où les densités de dislocations sont élevées, cependant, dans notre cas, la CDRX tend à maintenir une densité de dislocations peu élevée.

L'évolution de la densité de dislocations durant un incrément de déformation  $d\varepsilon$  est décrite par l'équation de Laasraoui-Jonas [LAA91] :

$$d\rho = U d\varepsilon - \Omega \rho d\varepsilon \quad (\text{Équation 77})$$

où  $U$  est un terme correspondant à l'écrouissage et  $\Omega$  décrit l'annihilation des dislocations. Ces deux termes sont décrits en fonction des conditions thermomécaniques par les relations suivantes [LAA 91] :

$$\begin{aligned} \Omega &= A_\Omega e^{-Q_\Omega / RT} \\ U &= A_U \varepsilon^{\bullet m_U} \end{aligned} \quad (\text{Équation 78})$$

où  $A_\Omega$  et  $A_U$  sont des constantes,  $m_U$  la sensibilité à la vitesse de déformation,  $Q_\Omega$  une énergie d'activation. Ces relations impliquent que les phénomènes d'annihilation des dislocations ne dépendent que de la température alors que les mécanismes d'écrouissage ne dépendent que de la vitesse de déformation.

### IV.2.2. Modèle de fragmentation.

La description de la fragmentation de la structure est basée sur le modèle de Gourdet-Montheillet [GOU 03] déjà présenté au chapitre I. L'utilisation qui en est faite ici est la suivante. Les effets de restauration dynamique conduisent à la formation de sous-grains qui sont délimités par des sous-joints de grain (LAB : *Low Angle Boundary*). Ces LAB correspondent à une désorientation cristallographique inférieure à 15 deg, valeur habituellement considérée comme la désorientation critique séparant les LAB des joints de grain à part entière (HAB : *High Angle Boundary*). La microstructure du métal peut être décrite comme un agrégat de cristallites partiellement limitées par des LAB et partiellement limitées par des HAB. Une vue schématique est présentée en **Figure 126**.

La désorientation des LAB est spécifiée par une fonction de distribution  $\varphi(\theta, \varepsilon)$  telle que  $\varphi(\theta, \varepsilon)d\theta$  est la fraction surfacique de LAB dont la désorientation est comprise entre  $\theta$  et  $\theta+d\theta$  à un niveau de déformation  $\varepsilon$ . La taille de cristallite  $D$  peut être reliée à la surface totale de joints et sous joints par unité de volume  $S$  par la relation :

$$D=2/S \quad \text{(Équation 79)}$$

A noter que l'initialisation de  $D$  est faite sur l'épaisseur de lamelle de la structure initiale.

L'hypothèse sous-jacente au modèle est que la déformation est homogène. Les effets de texture cristallographique et morphologique sont donc négligés.

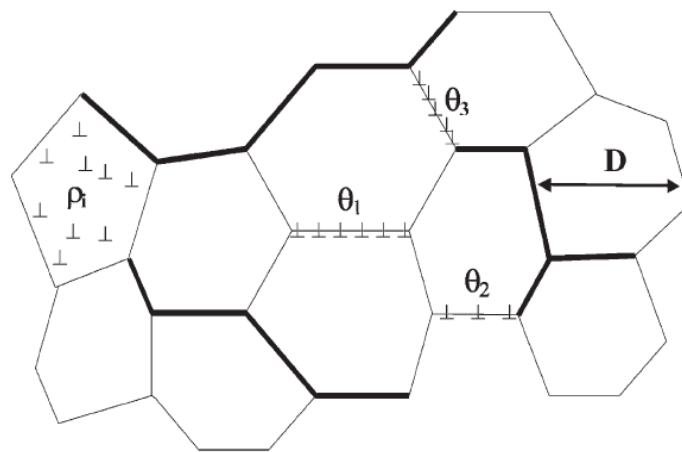


Figure 126 : Représentation schématique de la microstructure (traits épais : HAB, traits fins : LAB) [GOU 03].

L'annihilation des dislocations est la source des évolutions microstructurales et est séparée en deux contributions :

- Une fraction  $\alpha$  de ces dislocations contribue à la création de nouveaux LAB avec un angle de désorientation  $\theta_0$  considéré comme étant égal à  $1^\circ$ . La densité volumique de joints et sous joints  $S$  évolue alors en fonction de la déformation suivant :

$$dS = \frac{b}{n\theta_0} \alpha \Omega \rho d\varepsilon \quad (\text{Équation 80})$$

où  $n$  est le nombre d'agencements des dislocations aux sous joints.

- La fraction restante  $(1-\alpha)$  est absorbée par les joints et sous joints existants. La part incorporée dans les sous-joints contribue à l'augmentation de leur désorientation cristalline :

$$d\theta = \frac{b}{2n} (1-\alpha) \Omega \rho D d\varepsilon \quad (\text{Équation 81})$$

La valeur de la fonction de distribution associée à la génération de nouveaux sous joints peut s'écrire :

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1-\alpha)\theta_0} \quad (\text{Équation 82})$$

Ensuite, durant un incrément de déformation  $d\varepsilon$ , l'évolution de la désorientation  $\theta$  des sous joints (voir **Figure 127**) est décrite par l'équation suivante :

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \left[ 1 + \left( \frac{1}{D} \right) \left( \frac{dD}{d\varepsilon} \right) d\varepsilon \right] \varphi(\theta, \varepsilon) \quad (\text{Équation 83})$$

où  $dD/d\varepsilon$  s'obtient à partir des équations 6 et 7.

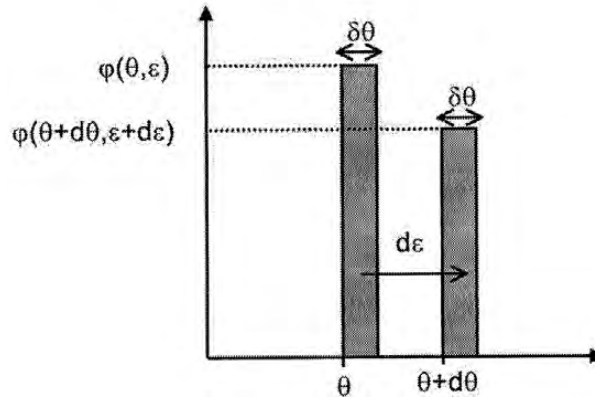


Figure 127 : Evolution de la désorientation des sous joints [GOU 03].

Enfin, les LAB dont la désorientation cristalline atteint la valeur critique de 15 deg deviennent des HAB. La densité volumique de ces joints nouvellement formés est notée  $S_{\text{newHAB}}$ .

### IV.2.3. Population initiale de nouveaux grains après déformation.

La modélisation de la recristallisation dynamique continue présentée par Gourdet et Montheillet fournit une estimation des densités volumiques de joints et sous joints de grain.

Cependant, afin de décrire la croissance de grain ultérieure, il est nécessaire de déduire des résultats de ce modèle un nombre de grains recristallisés par unité de volume, et une taille associée. Si  $N_0$  est le nombre de nouveaux grains formés par unité de volume durant la fragmentation de la structure, nous proposons d'écrire le taux de recristallisation de la manière suivante :

$$X = N_0 \frac{\pi}{6} d_0^3 \quad (\text{Équation 84})$$

où  $d_0$  est le diamètre moyen des nouveaux grains formés durant la fragmentation par CDRX (continuous dynamic recrystallization). La surface totale des nouveaux joints de grain (issus de la CDRX) par unité de volume de matériau recristallisé,  $S_{RX}$ , vaut :

$$S_{RX} = \frac{2}{d_0} \quad (\text{Équation 85})$$

Nous faisons deux hypothèses topologiques afin de déterminer  $X$ ,  $N_0$  et  $d_0$  (voir **Figure 128**) :

- Les nouveaux joints de grain issus de la fragmentation par CDRX vont former de nouveaux grains contenant des sous-grains. La taille  $d_0$  de ces nouveaux grains est alors plus grande que la taille  $D$  des cristallites ( $D$  étant homogène dans le volume élémentaire considéré par hypothèse). Un coefficient  $v$  en rapport avec la probabilité de fermeture de nouveaux grains à partir des nouveaux joints de grains formés est défini par la relation :

$$D = v.d_0 \quad (\text{Équation 86})$$

A noter que dans le cas où  $v=1$ , toutes les cristallites localisées dans les zones recristallisées sont des grains délimités par des nouveaux joints de grains formés par CDRX. Néanmoins, dans tous les cas  $0 < v \leq 1$ .

- Les autres joints de grain « isolés », qui ne sont pas localisés dans des zones recristallisées, ne forment pas de nouveaux grains. S'il n'y avait pas de joints de grain en dehors des zones recristallisées, on pourrait écrire  $X.S_{RX}=S_{\text{newHAB}}$  (voir la définition de  $S_{\text{newHAB}}$  à la page précédente) ; dans le cas général, on écrit :

$$S_{RX} = \beta \frac{S_{\text{newHAB}}}{X} \quad (\text{Équation 87})$$

où  $\beta$  ( $0 \leq \beta \leq 1$ ) est la probabilité pour les nouveaux joints de grain d'être impliqués dans la formation de nouveaux grains (donc d'appartenir à une zone recristallisée puisque par définition ce sont les nouveaux qui constituent les zones recristallisées). La valeur de  $\beta$  dépend a priori du niveau de déformation atteint puisque plus la déformation est importante, plus la densité de nouveaux joints est importante et plus la probabilité de trouver des joints isolés

n'appartenant pas à une zone recristallisée est réduite. Comme  $\beta=0$  lorsque le premier nouveau joint est formé à  $\varepsilon = \varepsilon_0$  et que  $\beta$  doit tendre vers 1 lorsque  $\varepsilon \rightarrow \infty$ , on suppose :

$$\beta = 1 - e^{k_\beta(\varepsilon - \varepsilon_0)} \quad (\text{Équation 88})$$

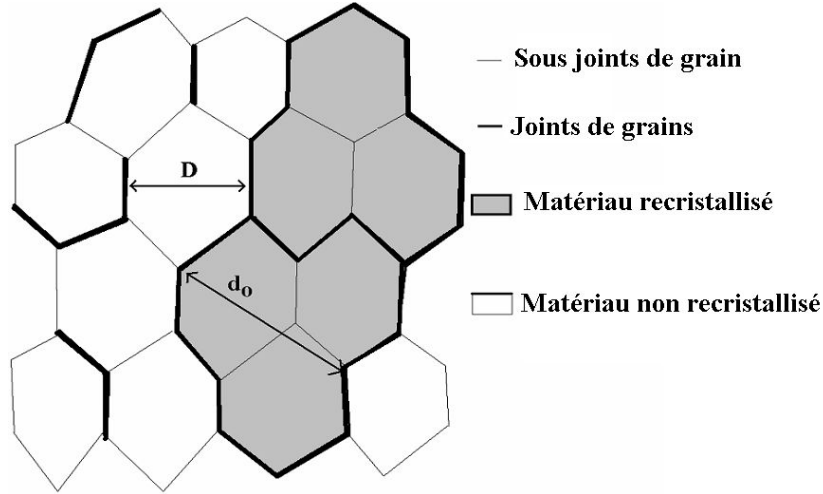


Figure 128 : Hypothèses topologiques sur le matériau en fin du processus de fragmentation.

En combinant les équations 85, 86 et 87, nous déterminons X de la manière suivante :

$$X = \frac{\beta}{\nu} \frac{S_{newHAB}}{2} D \quad (\text{Équation 89})$$

Et  $N_0$  de la manière suivante :

$$N_0 = \nu^2 \beta \frac{3}{\pi} \frac{S_{newHAB}}{D^2} \quad (\text{Équation 90})$$

On définit ensuite  $n_a$ , la probabilité d'activation de la croissance des nouveaux grains formés au début de la phase métadynamique et N le nombre de grains par unité de volume dont la croissance est ainsi activée. En pratique, il s'avère qu'utiliser une valeur constante pour  $n_a$  suffit à reproduire correctement les données expérimentales.

$$N = n_a \cdot N_0 \quad (\text{Équation 91})$$

On suppose ainsi que l'activation de la croissance se fait dès l'instant où cesse la déformation, contrairement au modèle général d'Avrami qui suppose que cette activation est homogène dans le temps.

#### IV.2.4. Recristallisation métadynamique.

On formule sous forme différentielle explicite le modèle de recristallisation métadynamique afin de pouvoir prendre en compte une évolution de température. La vitesse d'évolution du rayon moyen  $r(t)$  des grains  $G(T)$  suit une relation classique [HUM 04] :

$$\frac{dr(t)}{dt} = G(T) = m(T).P_G \quad (\text{Équation 92})$$

où  $P_G$  est la force motrice, et  $m(T)$  la mobilité de joint de grain, fonction de la température sous la forme suivante  $m(T) = m_0 e^{-Q_G/RT}$  où  $Q_G$  est l'énergie d'activation apparente.

Explicitons  $P_G$ , la force motrice, qui a une double origine :

- la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grain
- l'effet capillaire lié à l'énergie de joint de grain  $\gamma_b$  et à sa courbure (effet de Laplace).

On a donc, en toute généralité [HUM 04] :

$$P_G = \tau(\Delta\rho) + \frac{2\gamma_b}{r(t)}. \quad (\text{Équation 93})$$

Dans l'équation 93,  $\tau$  est l'énergie moyenne par unité de longueur d'une dislocation telle que  $\tau = \frac{\mu(T).b^2}{2}$ ,  $\gamma_b$  l'énergie de joint de grain par unité de surface,  $\Delta\rho$  la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint, et  $r(t)$  le rayon équivalent du grain tel que :

$$r(t) = \int_0^t G(T(z))dz \quad (\text{Équation 94})$$

A partir des observations in situ présentées au III.1.4.2, on peut considérer qu'un grain issu de la fragmentation de la structure initiale évoluera au cours d'un maintien à une température constante de la manière suivante :

- Au début, évolution très rapide du fait de (a) la densité de dislocations au voisinage du grain induite par la déformation, et (b) la petite taille du grain ( $r$  petit). Ces deux éléments contribuent à une forte valeur de  $P_G$  (équation 93).
- Au cours des secondes suivantes, la densité de dislocation extérieure au grain diminue du fait de la restauration statique. De plus, la taille du grain augmente. Ces deux effets tendent à réduire  $P_G$ .
- Il existe un moment critique où le grain considéré rencontre d'autres grains recristallisés, la différence de densité de dislocations de part et d'autre des joints de grain devient très faible, et seul le terme en  $\gamma_b$  dans l'équation 93 contribue au déplacement des joints. La cinétique de croissance est donc fortement diminuée.

Cependant, le séquençement des trois étapes présentées ci-dessus reste discutable car il présente les phénomènes pour le cas idéal d'une déformation homogène et donc d'une

germination homogène de nouveaux grains. Etant donné les hétérogénéités de déformation présentes dans le matériau, on a pu observer au 3.1.2.2 des croissances locales d'amas de grains recristallisés alors que d'autres zones ne présentaient pas de germination du tout. La croissance de grain au sein de tels amas semble ralentie par rapport au cas d'un germe isolé, et on peut supposer que l'étape numéro 3 est très rapidement atteinte, ce qui a pour effet global de ralentir la cinétique de recristallisation (par rapport au cas de déformation homogène).

Afin de prendre en compte l'ensemble de ces phénomènes, on adopte la formulation simplifiée suivante [HUM 04] :

$$P_G = \tau(\rho(t) - \rho_1) \quad (\text{Équation 95})$$

où  $\rho(t)$  est la densité moyenne de dislocations dans les zones non recristallisées et  $\rho_1$  la densité de dislocations moyenne dans les zones recristallisées. Celle-ci évolue du fait des phénomènes de restauration statique :

$$d\rho = \frac{\rho_2 - \rho(t)}{t_\rho} dt \quad \text{avec} \quad t_\rho = t_{\rho_0} \cdot \exp \frac{Q_{SR}}{RT} \quad (\text{Équation 96})$$

où  $t_{\rho_0}$  est un temps caractéristique de la restauration statique,  $Q_{SR}$  son énergie d'activation apparente et  $\rho_2$  la densité de dislocation s'établissant au bout d'un temps infini par restauration. On considère pour simplifier que  $\rho_2 = \rho_1$ . Le passage par un stade critique est simulé en divisant  $P_G$  par un facteur  $k_p$  lorsque la taille de grain atteint une valeur critique  $d_{CR}$ . Notons que les équations 95 et 96 permettent de faire évoluer  $P_G$  de manière continue tout comme l'équation 93, mais ici on utilise une restauration statique « effective » qui tient compte à la fois de l'évolution de la densité de dislocations  $\rho(t)$  et de l'évolution de la taille de grain. La diminution de  $\rho(t)$  au cours du temps est donc surévaluée pour prendre en compte les deux effets.

La variation de la fraction étendue recristallisée  $dV_{ex}$  au cours d'un incrément de temps  $dt$  s'exprime comme le produit de la variation de volume étendu de chaque grain  $dV_g$  par la densité volumique de grains activés  $N$  [AVR 39, AVR 40].

$$dV_{ext} = dV_g \cdot N \quad (\text{Équation 97})$$

$$\text{avec} \quad dV_g = 4\pi(r(t))^2 \cdot G(T(t))dt \quad (\text{Équation 98})$$

La variation du taux de recristallisation au cours d'un temps  $dt$  est donc [AVR 39, AVR 40] :

$$dX = (1 - X)dV_{ext} \quad (\text{Équation 99})$$

Ainsi, juste après déformation, le taux de recristallisation est calculé à partir du nombre  $N_0$  de grains issus de la fragmentation mais son évolution ultérieure ne dépend que du nombre de grains activés  $N$ .

### IV.2.5. Estimation de la taille de grain.

Une estimation simple de la taille de grain peut être faite de la manière suivante :

- Jusqu'à atteindre la valeur critique  $d_{CR}$ , la taille de grain recristallisé est supposée égale à la valeur étendue  $d_0$  définie par l'équation 86.
- Ensuite, on considère qu'on a affaire à une pure croissance de grain dictée par la minimisation de l'énergie des joints, et l'évolution du rayon des grains recristallisés  $r_{RX}$  s'exprime par [HUM 04] :

$$dr_{RX} = \frac{2m\gamma_b}{r_{RX}} dt \quad (\text{Équation 100})$$

NB : à noter que nous n'avons nulle part, dans ce modèle, tenu compte de la présence de précipités qui peuvent freiner ou bloquer le mouvement des joints de grain, d'autant plus que  $P_G$  est faible. On s'attend par conséquent à ce que la croissance dictée par l'équation 100 soit surestimée ; elle pourrait être réécrite avec un terme de « Zener drag » :

$$dr_{RX} = m \left( \frac{2\gamma_b}{r_{RX}} - P_Z \right) dt \quad (\text{Équation 101})$$

De manière générale toutes les équations ci-dessus peuvent être généralisées en réécrivant l'équation 93 de la manière suivante :

$$\frac{dr}{dt} = m(P_G - P_Z) \quad (\text{Équation 102})$$

où  $P_Z$  est le terme de « Zener drag ».

## IV.3. Identification des paramètres du modèle : Zircaloy-4.

L'application du modèle microstructural au Zircaloy-4 est directe puisque le modèle présenté précédemment a été progressivement construit à partir des observations sur cet alliage.

Afin de réaliser l'identification complète des paramètres du modèle les données disponibles pour le Zircaloy-4 sont les suivantes :

- Les courbes contrainte-déformation issues des essais de torsion réalisés dans cette étude ainsi que celles issues des travaux de Chauvy [CHA 04] ou de El Bachiri [EL 07] sont utilisées pour l'identification des paramètres du modèle d'écrouissage.



- Les grandeurs microstructurales des barres issues du mini-filage à chaud, avec ou sans traitement thermique sont les données les plus utilisées. Les mesures de taux de recristallisation ont ainsi permis d'estimer la plupart des paramètres.
- La mobilité des joints de grain a été déterminée directement à l'aide des observations in situ sur MEB (voir III.1.4.2)
- Les grandeurs microstructurales issues des essais de torsion ne sont pas prises en compte, mais confrontées aux résultats du modèle : En effet, il a été montré au chapitre précédent que certaines éprouvettes pouvaient présenter des localisations de la déformation (voir III.1.5)

Certains paramètres ont été identifiés par des méthodes numériques de minimisation de l'écart quadratique, d'autres plus manuellement en se basant sur les données de la littérature. La méthode utilisée pour cette identification est détaillée ci-dessous (voir aussi **Figure 129**).

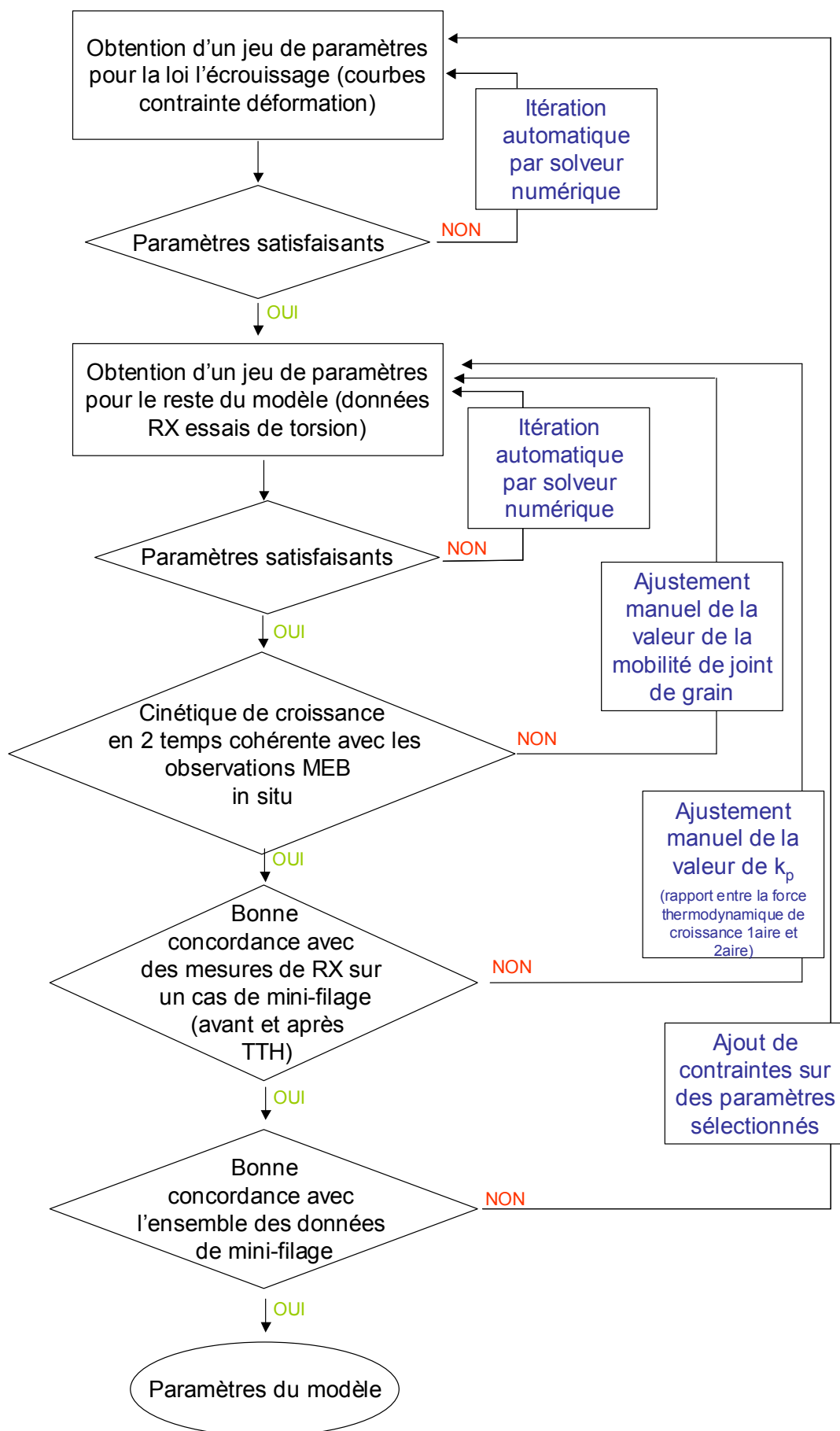


Figure 129 : Méthode d'identification des paramètres.

### IV.3.1. Informations rhéologiques.

Dans un premier temps il s'agit d'identifier les paramètres définissant la contrainte effective  $\sigma_v = k_v \cdot \varepsilon^{m_v} \cdot e^{-m_v Q_v / RT}$  (équation 75). C'est à partir des essais avec sauts de vitesse de déformation (voir III.1.3.1) que la détermination des paramètres a été faite puisque  $\sigma_v$  explique la plus grande partie de l'intensité des sauts de contrainte observés. A noter cependant, que seuls  $k_v$  et  $Q_v$  ont été identifiés à partir des essais avec sauts de vitesse, la valeur de  $m_v$  étant optimisée afin d'obtenir une bonne la sensibilité à la vitesse du modèle d'écrouissage.

Le paramétrage obtenu est le suivant :

- $k_v = 2,13 \cdot 10^8 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{0,2}$
- $m_v = 0,2$
- $Q_v = 21,9 \text{ kJ/mol}$

On note que la valeur de l'énergie d'activation est faible, ce qui traduit la faible sensibilité à la température de l'intensité du saut de contrainte entre 700°C et 750°C.

Ce résultat a été comparé aux données issues des travaux de Chauvy [CHA 04] et de El Bachiri [EL 07]. Cependant, contrairement à ce qui a été fait pour la présente étude, les intensités de contraintes issues des ces travaux correspondent à la variation totale de contrainte (y compris le transitoire dû à l'évolution de la structure de dislocations) et pas seulement à la variation initiale brutale quasi- discontinue attribuable à l'évolution de contrainte effective. Selon la **Figure 130**, la relation proposée ici sous-estime légèrement ces données là, ce qui semble logique. Il est également à noter que les essais d'El Bachiri ont été réalisés en traction sur un matériau de microstructure équiaxe, à des vitesses de l'ordre de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , pour des températures allant de l'ambiante à 500°C et pour des déformations inférieures à 10%, donc dans des conditions très différentes de celles envisagées ici, et où d'autres phénomènes peuvent intervenir. Les essais de Chauvy ont aussi été réalisés à des vitesses plus faibles (de 0,001 à 0,1  $\text{s}^{-1}$  et à une température de 650°C).

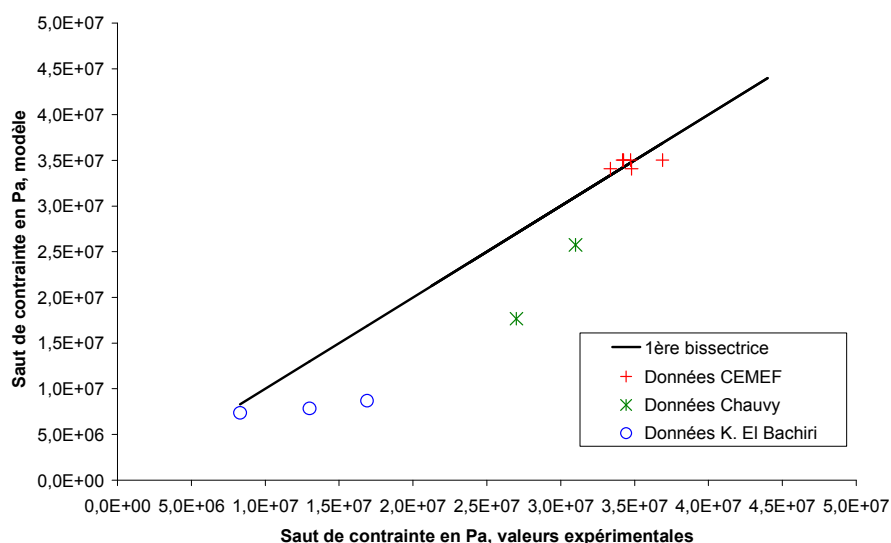


Figure 130 : Prédiction de la contrainte effective, comparaison aux données expérimentales.

Ensuite, il s'agit d'identifier les paramètres du modèle d'écrouissage. A noter tout d'abord que dans le modèle rhéologique présenté précédemment, tous les phénomènes contribuant à l'évolution de la contrainte ne sont pas pris en compte : le comportement élastique en début de déformation, les effets d'écrouissage cinématique ainsi que les phénomènes d'adoucissement intrinsèques liés au matériau, à la fragmentation d'une structure lamellaire ou à l'auto échauffement. Aussi, l'identification des paramètres se fait sur une zone restreinte de la courbe contrainte-déformation (voir **Figure 131**), considérée comme la plus directement reliée au modèle proposé : dans cette zone, le coefficient  $\Omega$  pilote la courbure de la courbe.

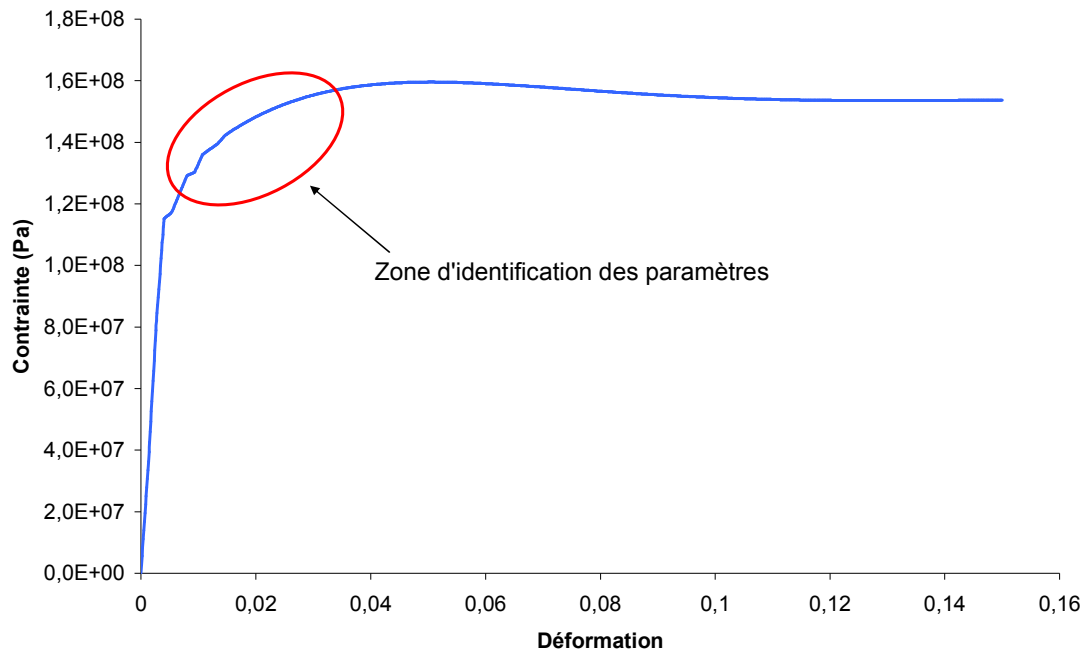


Figure 131 : Essai de torsion à 750°C, 0,26 s<sup>-1</sup> sur du Zircaloy-4. Prélèvement à mi rayon.

Le jeu de paramètres obtenu fournit une loi d'évolution de la densité de dislocations permettant de reproduire la valeur de la contrainte interne  $\sigma_p = \alpha_0 \mu(T) b \sqrt{\rho}$  (équation 76) établie comme étant la différence entre la contrainte d'écoulement et la contrainte effective  $\sigma_v$  identifiée auparavant. Le vecteur de Burgers ainsi que le module de cisaillement élastique sont relatifs à la direction du glissement principal, donc du mode prismatique ainsi  $b=a=0,323$  nm et  $\mu(T) = (-0,0739T(^{\circ}C) + 99,604) MPa$  [NOR 75]. Pour rappel, la valeur de  $\alpha_0$  est prise égale à  $\frac{1}{2}$  (voir IV.2.1).

La loi d'évolution de la densité de dislocations est donnée par l'équation 4. On choisit une densité de dislocations initiale de  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  (valeur correspondant à un état recuit donc avec une densité de dislocations faible). Le paramétrage de  $U$  et  $\Omega$  (voir équation 77) ainsi obtenu est le suivant :

- $A_{\Omega}=2180$
- $Q_{\Omega}=30 \text{ kJ/mol}$
- $A_U=6620 \text{ } \mu\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{0,06}$
- $m_U=0,06$

On note que les valeurs obtenues pour  $U$  sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par Gourdet et Montheillet [GOU 03] pour de l'aluminium (pour des températures réduites équivalentes), cependant, les valeurs de  $\Omega$  sont ici plus grandes.

La sensibilité à la vitesse ainsi que l'énergie d'activation *apparente* ont été calculées sur la base de la contrainte d'écoulement totale (voir III.1.3.1 équations 75 & 76). La sensibilité à la vitesse ainsi obtenue est de 0,133 à 750°C, valeur cohérente avec les résultats expérimentaux (0,13 pour des éprouvettes prélevées à cœur et 0,16 pour celles prélevées sous peau de la billette de départ). Par contre, l'énergie d'activation apparente obtenue est de l'ordre de 77 kJ/mol ce qui est plus faible que les valeurs obtenues expérimentalement (245 kJ/mol). On observe d'ailleurs que la rhéologie de l'alliage à plus basse température est généralement un peu moins bien calculée (**Figure 132**).

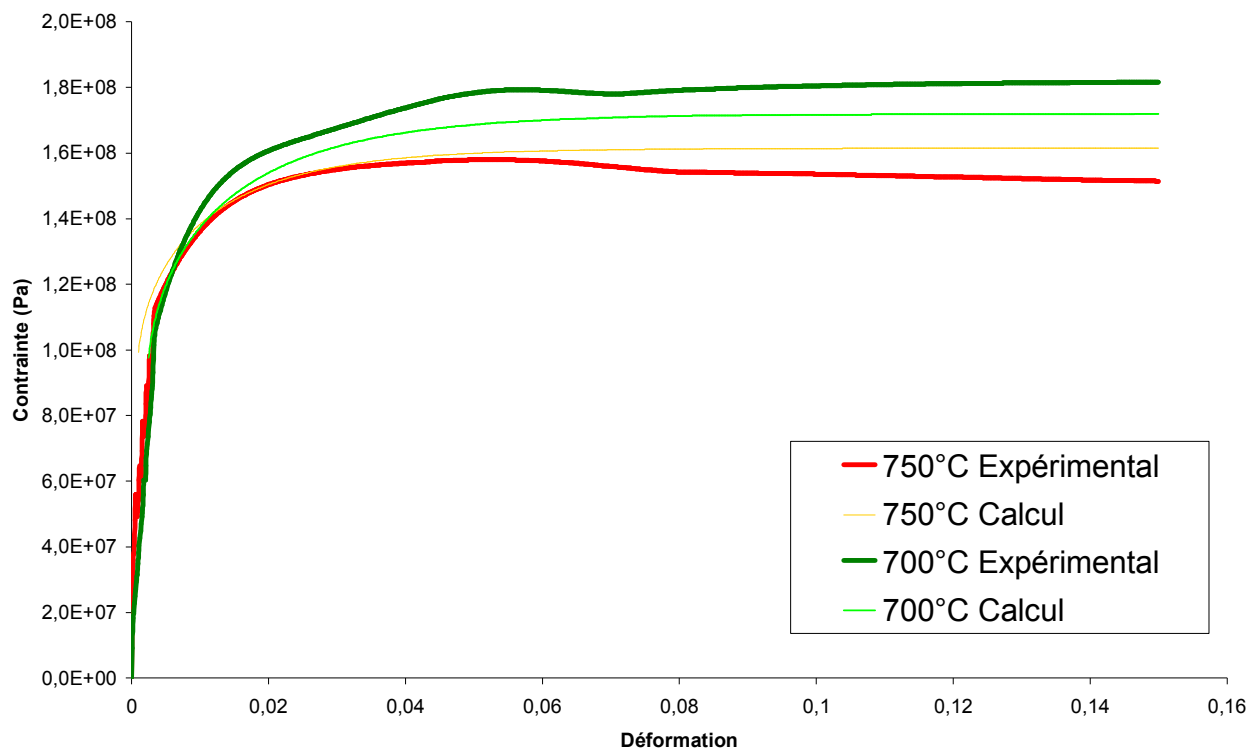


Figure 132 : Essais de torsion à  $0,2 \text{ s}^{-1}$  sur du Zircaloy-4. Prélèvement à cœur de la billette de départ.

#### IV.3.2. Mesures du taux de RX.

Tout d'abord, la valeur du paramètre  $\alpha$  (voir équation 80) du modèle de CDRX est légèrement différente de celle des travaux de Gourdet et Montheillet, en effet, de meilleurs résultats sont obtenus avec une valeur de 0,12. A noter que dans le modèle original appliqué à de l'aluminium [GOU 03], la valeur de  $\alpha$  était de 0,1.

La valeur optimale identifiée pour  $v$  (voir équation 86) est de 0,15, ce qui signifie que chaque grain recristallisé nouvellement formé englobe en moyenne 6,7 sous grains ou cristallites.

A l'aide des expériences d'extraction d'ébauche, la fragmentation de la structure lamellaire est observée dès que la déformation atteint 0,7, numériquement, le modèle de fragmentation montre que ce phénomène apparaît dès 0,5 (voir **Figure 133**). Ainsi, dans le paramétrage de l'expression de  $\beta$  (voir équation 88), la valeur de  $\varepsilon_0$  est fixée à 0,5.  $k_\beta$  est pris comme étant égal à 0,5 par optimisation sur les mesures du taux de recristallisation. De cette manière, pour un filage à  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ , on obtient une valeur de  $\beta$  de l'ordre de 0,67 (voir **Figure 133**).

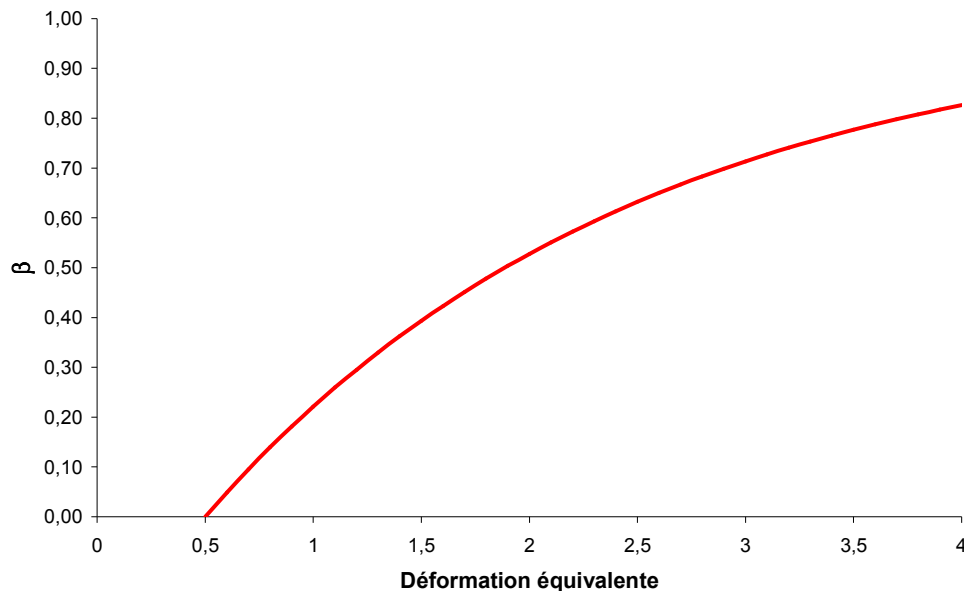


Figure 133 : Evolution de  $\beta$  en fonction du niveau de déformation atteint.

Au niveau de l'équation 91, la valeur de la probabilité d'activation apparente  $n_a$  déduite des tailles de grain est  $n_a = 1,93 \cdot 10^{-3}$ .

Le paramétrage de la loi de restauration statique (voir équation 96) a été obtenu numériquement par optimisation sur les données expérimentales. Les valeurs sont les suivantes :

- $t_{p0} = 5,95 \cdot 10^{-7} \text{ s}$
- $Q_{\text{SR}} = 163 \text{ kJ/mol}$

La valeur de  $\rho_2$  est fixée à  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  tout comme la densité de dislocation initiale avant déformation de même que la valeur de  $\rho_1$  dans l'équation 95 considérant qu'un matériau parfaitement restauré ou recristallisé à 100% a la même densité de dislocation que le matériau avant mini-filage.

La vitesse de déplacement des joints de grain (voir équation 92 et 95) a été principalement paramétrée à partir des mesures EBSD faites sur MEB en chauffage in-situ (voir III.1.2.2) :

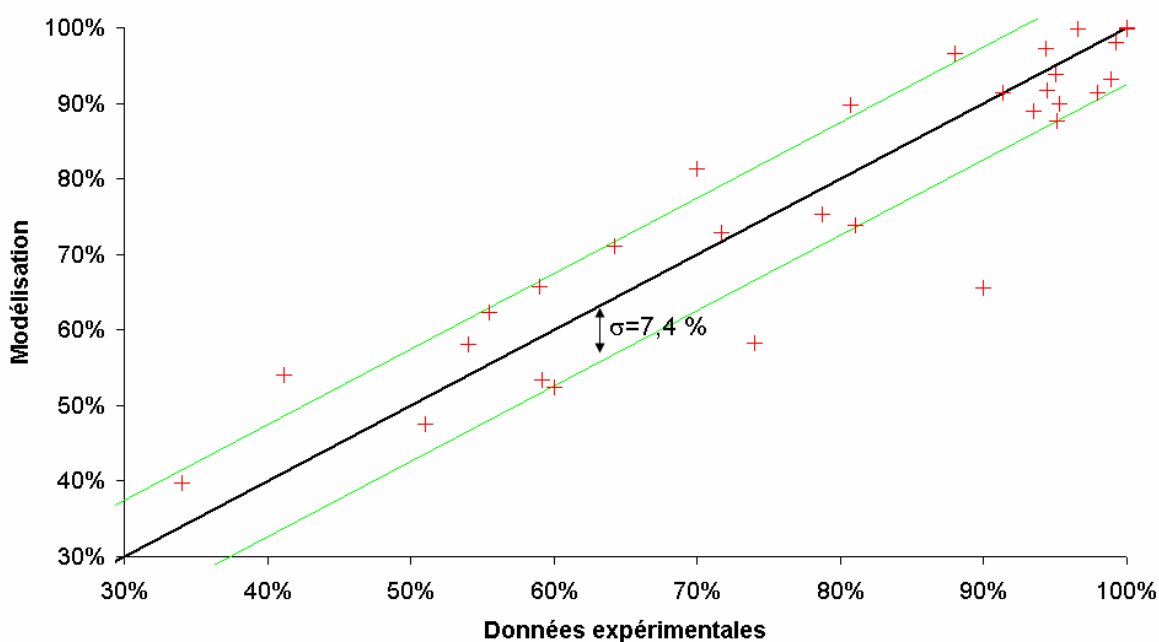
- $m_0 = 1600 \text{ m}^4 \cdot \text{J}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
- $Q_G = 300 \text{ kJ/mol}$

Par rapport aux données sur de l'aluminium [HUA 99], à température réduite équivalente, la mobilité obtenue ici est beaucoup plus faible d'environ deux décades. Ceci pourrait s'expliquer par la présence de précipités intermétalliques ou d'éléments d'alliage en

solution solide qui freineraient le déplacement des joints de grains. La valeur  $Q_G$  conduit à une valeur de  $Q_G/R = 36000$  K proche de la valeur de 33000 K identifiée par Logé [LOG 99] en recristallisation métadynamique sur des produits filés industriellement. Lorsque la taille de grain atteint la taille critique  $d_{CR} = 6\mu\text{m}$ , valeur fixée en fonction des observations in situ sur MEB (voir III.1.2.2), on décide de réduire la valeur de  $P_G$  en la divisant par un facteur  $k_p$  égal à 3. Suivant le formalisme du « Zener drag », il faudrait plutôt soustraire que diviser (voir équation 102). Néanmoins ce n'est pas réellement un effet d'ancrage, mais plutôt de « clustering » dans les zones les plus écrouies du matériau, cela semble donc acceptable.

Le jeu de paramètres proposé permet une prédiction relativement bonne des taux de recristallisation après mini-filage avec ou sans traitement thermique additionnel (voir **Figure 134**). L'écart type par rapport à une prédiction exacte est de 7,4%.

A noter que la justesse de la sensibilité du modèle rhéologique à la température de déformation a en fait été sacrifiée à une meilleure prédiction du taux de recristallisation, puisque le principal but du modèle est de réaliser une prédiction du taux de recristallisation après mini-filage (et non de déterminer un comportement rhéologique).



*Figure 134 : Taux de recristallisation après mini-filage suivi ou non de traitement thermique : confrontation modèle – expérience.*

Le modèle ainsi paramétré ne permet pas une bonne reproduction des résultats des essais de torsion, en particulier pour les essais où la déformation maximale atteint 4 (voir **Figure 135**). Cela laisse penser que ces essais de torsion conduisent à des localisations de la déformation (voir **Figure 111**) et que la valeur de la déformation des zones observées est surestimée. Il est d'ailleurs intéressant de constater qu'en diminuant de 10 % les valeurs de déformation dans la modélisation, il est possible de rassembler la plupart des points de coordonnées (théorie, expérience) autour de la première bissectrice, les essais où la déformation atteint 4 restant toujours mal modélisés.

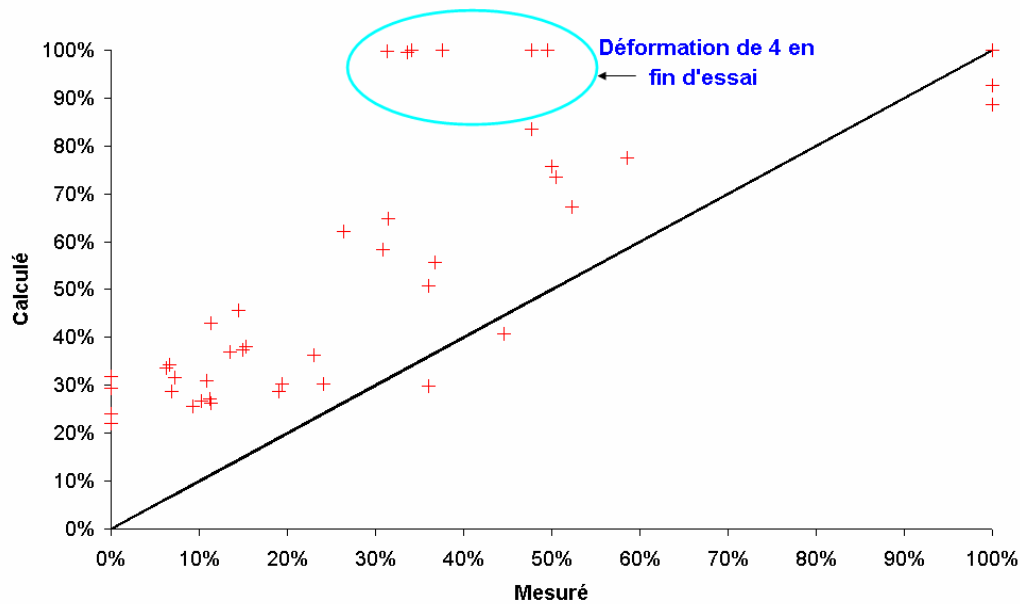
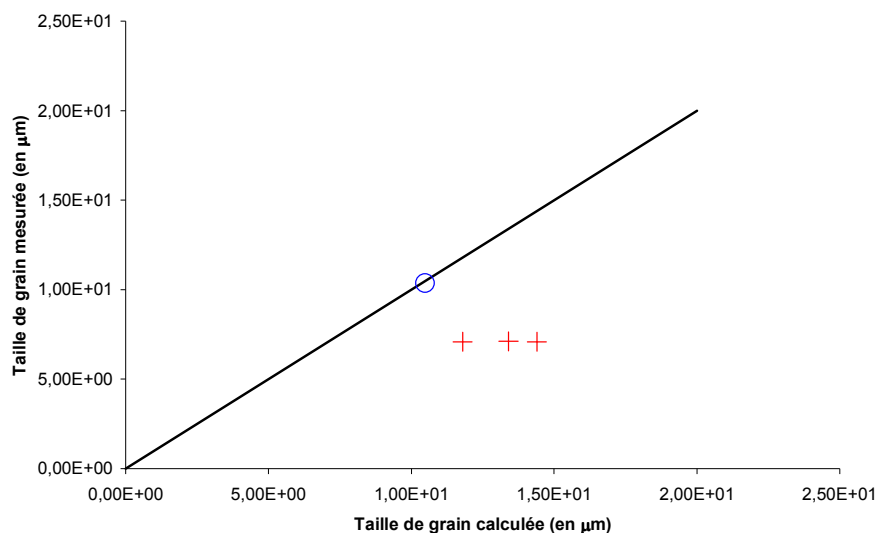


Figure 135 : Taux de recristallisation sur les échantillons de torsion après différents traitements thermiques : confrontation modèle – expérience.

#### IV.3.3. Mesures de taille de grain.

A partir du moment où la taille critique  $d_{CR}$  est obtenue en croissance primaire, l'équation 100 propose une formulation simple pour prédire la taille de grain en croissance secondaire. On identifie, sur les données d'un mini-filage de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  à 772°C,  $v_{ref}$  avec  $\lambda = \lambda_{ref}$ , une valeur d'énergie de joint de grain de 1,28 mJ/m<sup>2</sup> (point rond sur la **Figure 136**). Cette valeur est très faible en comparaison avec les données de la littérature (324mJ/m<sup>2</sup> pour l'aluminium par exemple) et laisse à penser que la modélisation de l'évolution de la taille de grain ne prend pas en compte tous les phénomènes influents, on constate d'ailleurs que sur les autres points de mesures, la prédiction n'est pas bonne (autres points sur la **Figure 136**).





*Figure 136 : Confrontation des calculs et mesures de taille de grain.*

L'erreur de modélisation de la taille de grain pourrait provenir de la non prise en compte de deux phénomènes :

- La présence de précipités intermétalliques aux frontières entre lamelles peut freiner le mouvement des joints de grain (voir équation 101).
- Le blocage de la croissance, lors du passage d'une lamelle à l'autre, peut aussi venir de l'« orientation pinning ». En effet, lorsqu'un joint de grain passe une frontière de lamelles, il se peut que l'orientation cristallographique de cette dernière soit proche de celle du grain recristallisé qui croît, et dans ce cas on peut passer en-dessous d'une désorientation de  $15^\circ$  au niveau du joint, ce qui fait chuter brutalement la mobilité  $m$ .

A noter que ces deux phénomènes impliquent une dépendance forte de la taille de grain finale à l'épaisseur des lamelles.

#### *IV.4. Analyse des résultats obtenus sur Zircaloy-4.*

##### *IV.4.1. Comportement du modèle.*

Dans ce paragraphe, le comportement de l'ensemble du modèle va être précisé à travers le suivi d'un volume élémentaire à cœur lors d'un mini-filage à  $772^\circ\text{C}$ ,  $0,6 \text{ mm/s}$  et  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$ . Les conditions thermomécaniques de mise en forme en filière obtenues par simulation numérique sont donc celles présentées sur la **Figure 137**. Ainsi, tout au long de la déformation, le matériau subit un échauffement d'environ  $30^\circ\text{C}$  dû à sa déformation. Aussi, on observe un pic de vitesse de déformation pour une déformation équivalente de 2. Avant et après ce pic, on observe respectivement une montée puis une descente assez régulières de la vitesse de déformation.

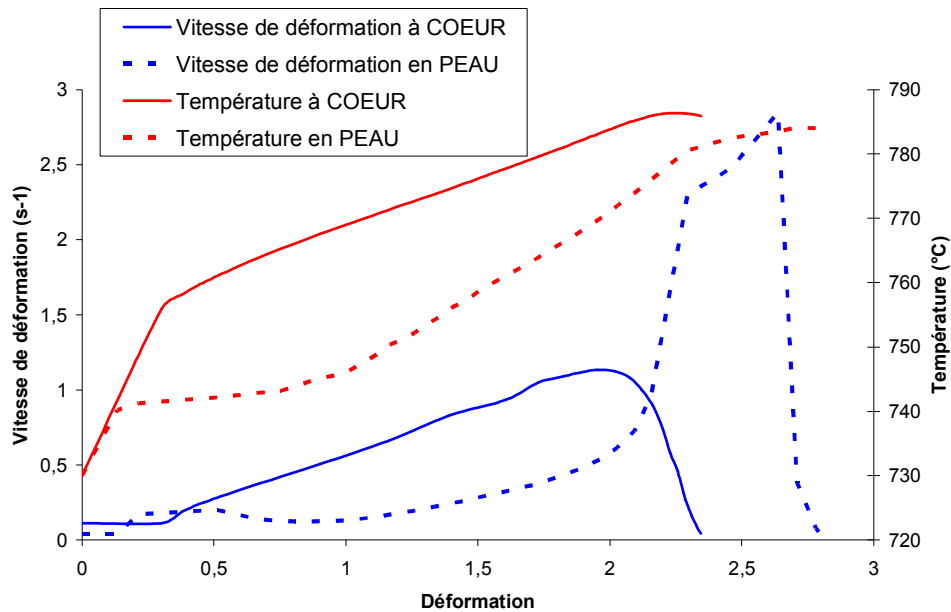


Figure 137 : Conditions thermomécanique à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et

$$\lambda = \lambda_{ref}.$$

La **Figure 138** présente l'évolution de température après le mini-filage. A noter que ces données ont été obtenues expérimentalement (voir II.3). On observe tout d'abord une chute qui correspond au refroidissement en sortie de filière de la barre mini-filée. Ensuite, la remontée, puis le maintien en température correspondent à l'évolution lors d'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C.

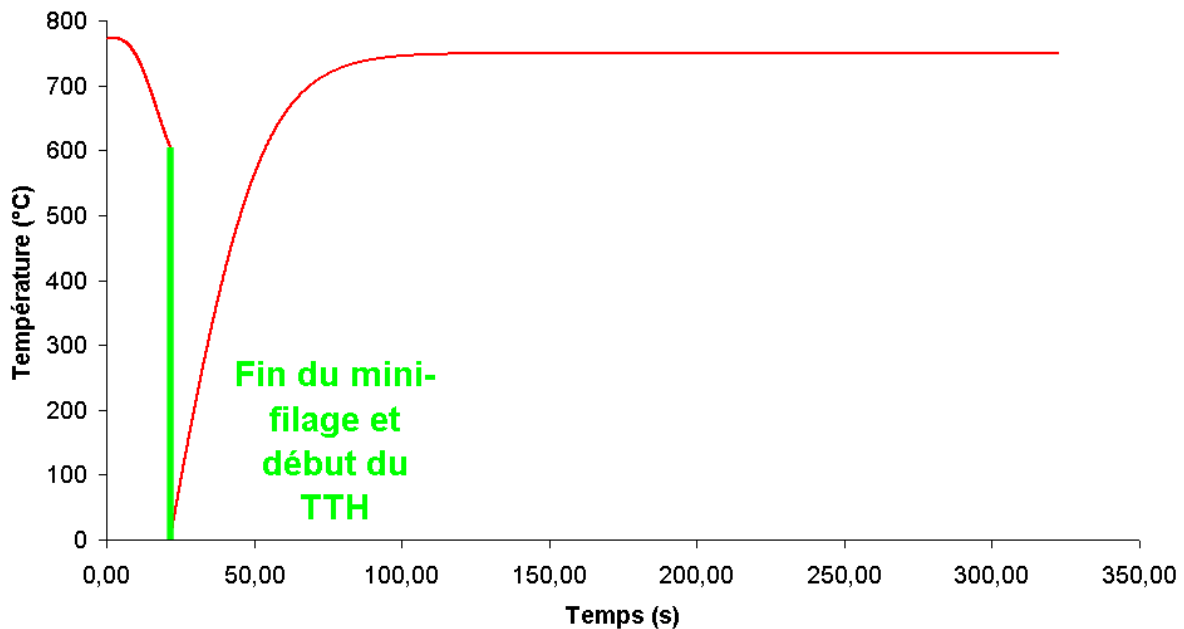


Figure 138 : Evolution de température à cœur à la sortie de filière lors d'un mini-filage à

773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  suivi d'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C.

Les conséquences sur les variables  $U$  et  $\Omega$  sont directes (voir **Figure 139**). En effet,  $\Omega$  qui n'est sensible qu'à la température présente une montée monotone comparable à

l'évolution de température tandis que  $U$  présente une montée jusqu'à un pic suivi d'une diminution très importante, en lien avec la vitesse de déformation.

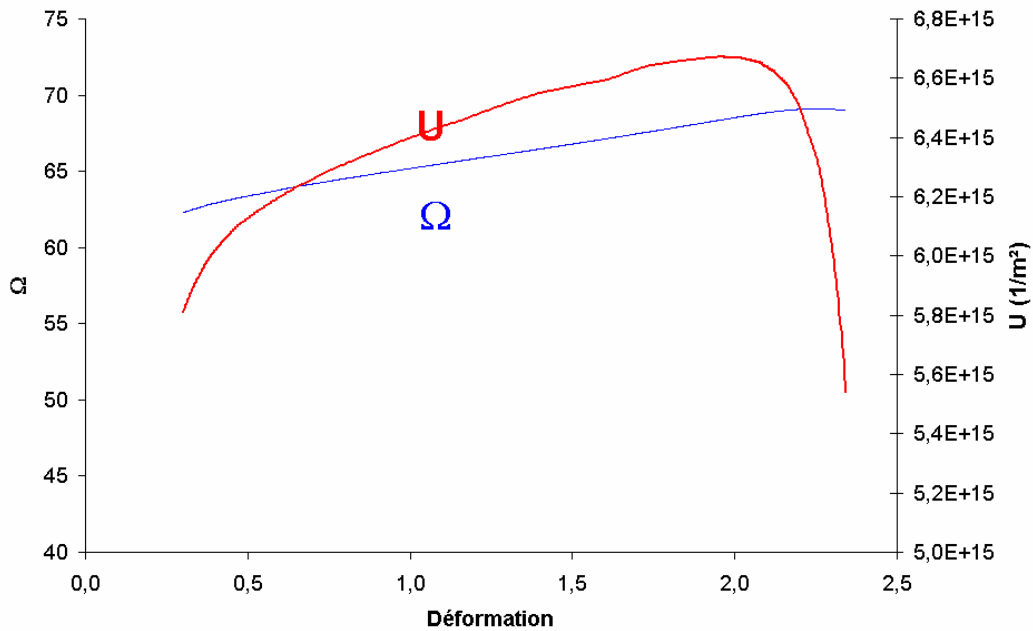


Figure 139 : Evolution de  $U$  et  $\Omega$  à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

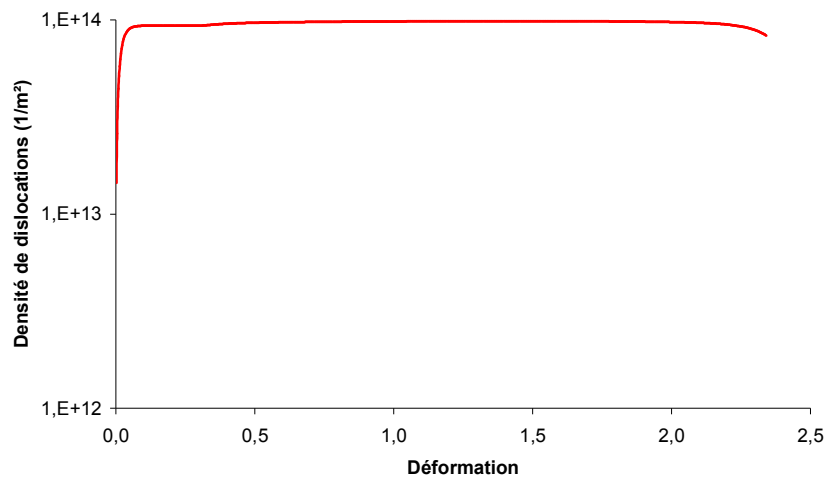


Figure 140 : Evolution de la densité de dislocations à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

L'évolution de la densité de dislocations est le résultat de la compétition entre l'écroutissage et l'annihilation des dislocations, donc entre  $U$  et  $\Omega$  (voir **Figure 140**). Cela se traduit par une montée très rapide en tout début de déformation jusqu'à un quasi plateau. Sur ce plateau, les variables  $U$  et  $\Omega$  présentent toutes deux une croissance qui se compense. En fin de déformation, la chute de  $U$  due à la chute de vitesse de déformation provoque une diminution de la densité de dislocations.

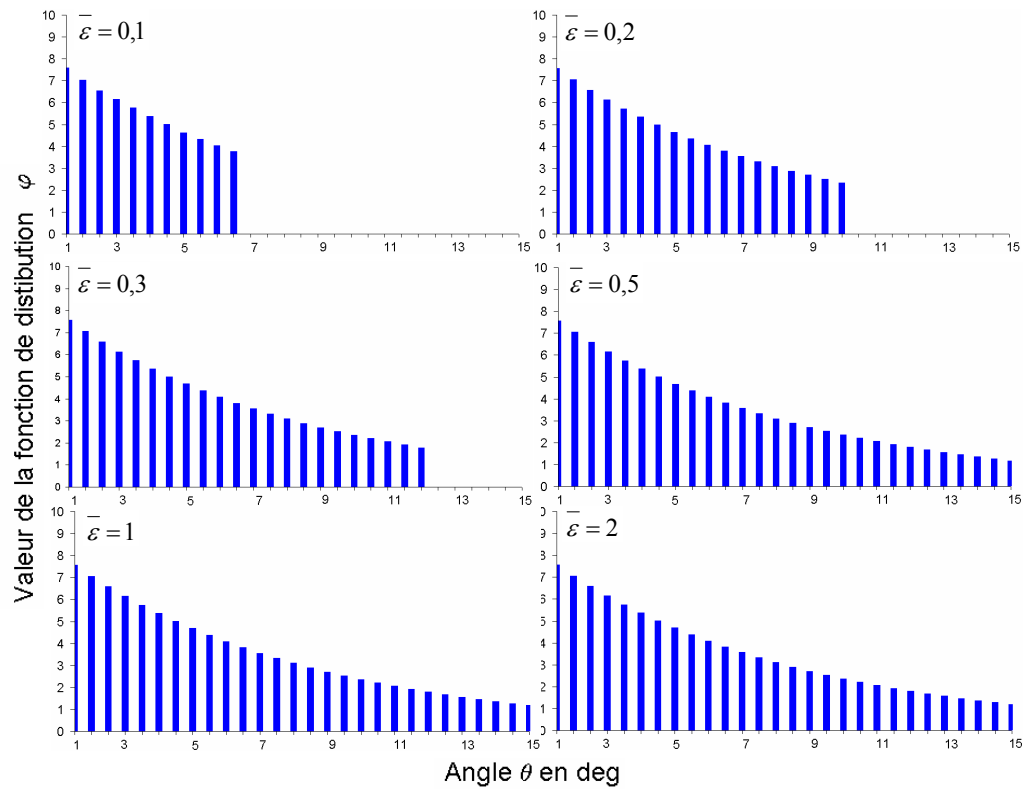


Figure 141 : Calcul de l'évolution de la fonction de distribution des désorientations cristallographiques de sous grains ( $\varphi$ ) à cœur du lopin, lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

L'évolution de la fonction de distribution des désorientations cristallographiques entre sous-grains prédite par le modèle (voir **Figure 141**) montre qu'une sous-structure se forme jusqu'à une déformation de 0,5 avant de générer les premiers grains recristallisés continûment. Après cela, même si la sous-structure s'affine et que la densité de sous-joints de grain augmente, la fonction de distribution  $\varphi$  entre 0 et 15° reste stationnaire.

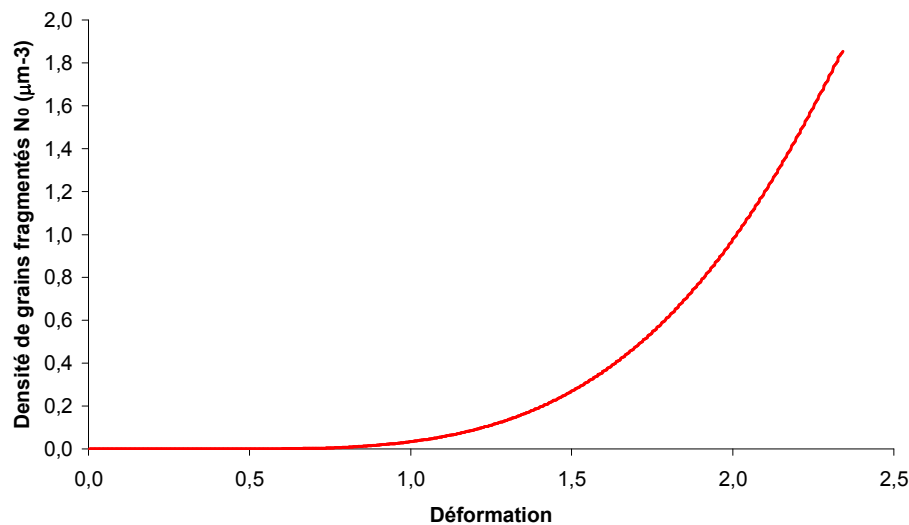


Figure 142 : Evolution de la densité de grains recristallisés  $N_0$  à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

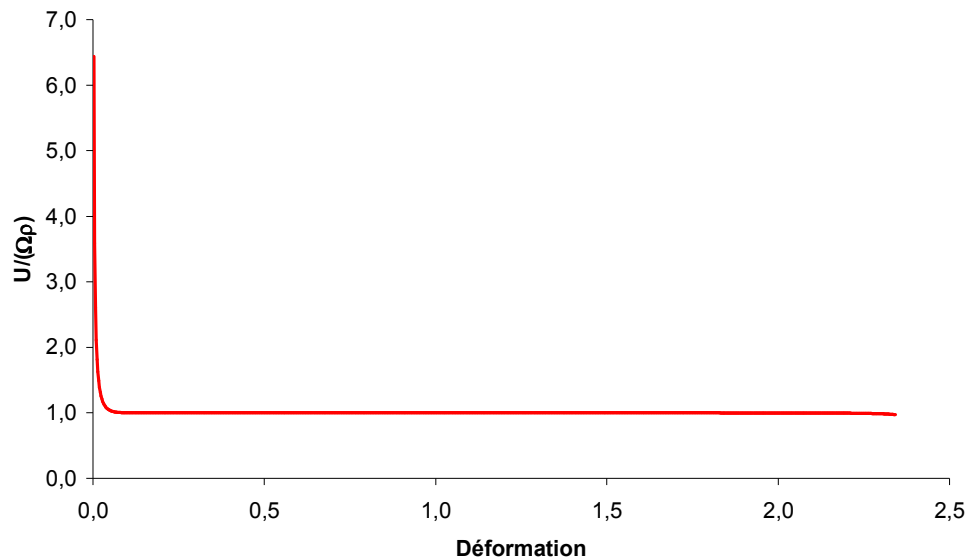


Figure 143 : Evolution du rapport  $U/(\Omega\rho)$  au cours du mini-filage.

La densité de grains fragmentés  $N_0$  commence donc à augmenter à partir d'une déformation de 0,5. Néanmoins, leur nombre reste relativement faible jusqu'à une déformation voisine de 1 (voir **Figure 142**), ce qui explique le fait expérimental suivant : en microscopie optique, on ne commence à détecter des grains recristallisés après torsion qu'à partir d'une déformation de 0,7 environ, le modèle prédit alors une densité de grains fragmentés d'environ  $3.10^{-3}$  grains par micron cube. Outre la dépendance forte à la déformation visible sur la **Figure 142**,  $N$  est influencé par les conditions thermomécaniques de mise en forme à travers le produit  $\Omega\rho$  (voir équations 80 et 81). Or, le comportement rhéologique observé au §III.1.3.1 montrant une montée rapide de la contrainte d'écoulement avec la déformation puis une stabilisation de la contrainte dès que la déformation atteint 0,05 se traduit physiquement par un équilibre entre les phénomènes d'écrouissage ( $U$ ) et de restauration ( $\Omega\rho$ ) lors de la déformation (voir **Figure 143**). Ainsi,  $U$  étant égal à  $\Omega\rho$  sur une large plage de déformation,  $N_0$  évolue, à déformation égale, comme  $U$ , donc seulement avec la vitesse de déformation (voir équation 78).

L'évolution métadynamique de la fraction recristallisée et des tailles de grains recristallisés est présentée en **Figure 144**. Juste après filage, les grains issus de la fragmentation ont une taille très petite (de l'ordre du micron) ; néanmoins leur grand nombre ( $N_0$ ) conduit à un taux de recristallisation de près de 50 % en fin de déformation. Ensuite, certains vont croître ( $N = n_a.N_0$  avec  $n_a = 1,93.10^{-3}$ ) rapidement jusqu'à atteindre la taille critique identifiée à  $6\ \mu\text{m}$  ; cependant, peu de grains sont activés, et le taux de recristallisation n'est monté qu'à environ 60 % au cours de ce processus de croissance « primaire ». Néanmoins, la taille des grains activés évolue beaucoup durant la phase de croissance primaire. Dans un second temps, on distingue la taille de grain étendue  $r$  (calculée en supposant  $N$  constant et une force thermodynamique donnée par les équations 95 et 96, réduite d'un facteur  $k_p$ ) et la taille de grain « réelle »  $r_{RX}$  résultat de la croissance secondaire dans les amas lamellaires complètement recristallisés (voir III.1.4.2, force thermodynamique

décrite par l'équation 100). La différence entre les deux quantités  $r$  et  $r_{RX}$  est liée à une modification de l'expression de la force thermodynamique. Par ailleurs l'hypothèse d'un nombre  $N$  constant n'est plus valable à ce stade, étant donné les observations in situ (voir §III.1.4.2 et section suivante).

On note un intervalle de temps entre 10 s et 60 s où les évolutions sont très lentes, cela correspond à la fin du refroidissement en sortie de filière et au début du traitement thermique, c'est-à-dire au moment où la température est plus faible et où les évolutions de microstructure sont quasi figées (voir **Figure 138** pour une description de l'évolution de température pendant cette phase). En fin de traitement, le taux de recristallisation tend vers 100 %.

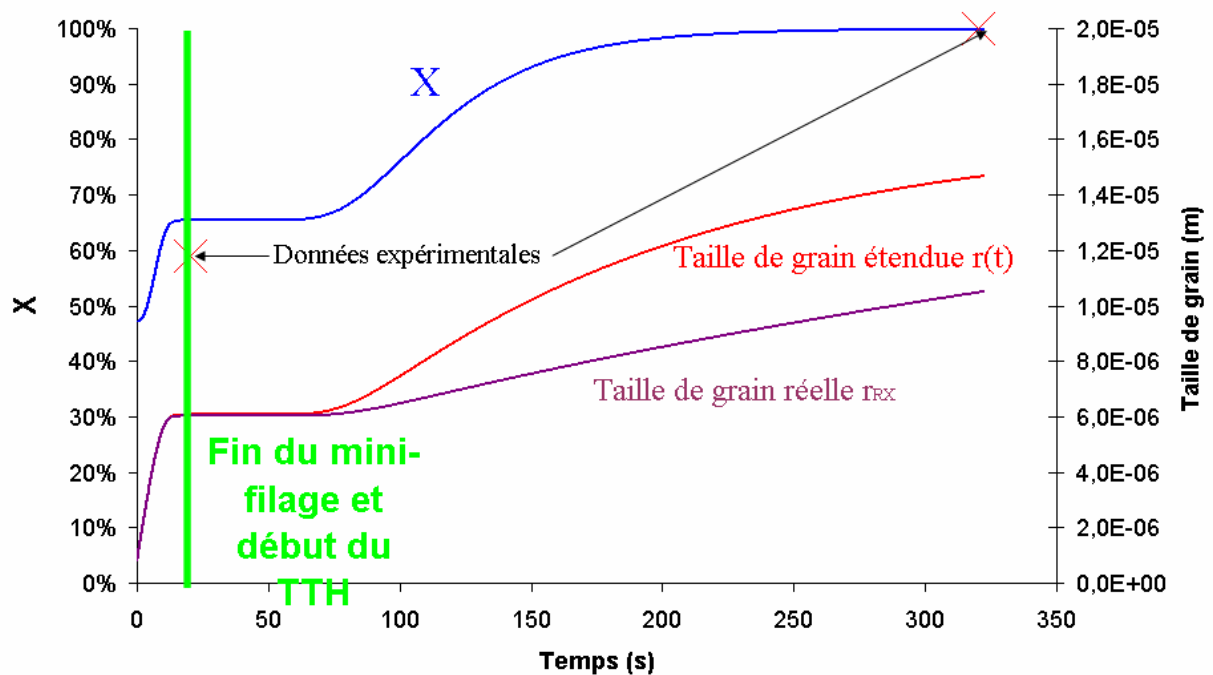


Figure 144 : Evolutions microstructurales à cœur à la sortie de filière lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  suivi d'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C.

#### IV.4.2. Cohérence avec les résultats expérimentaux.

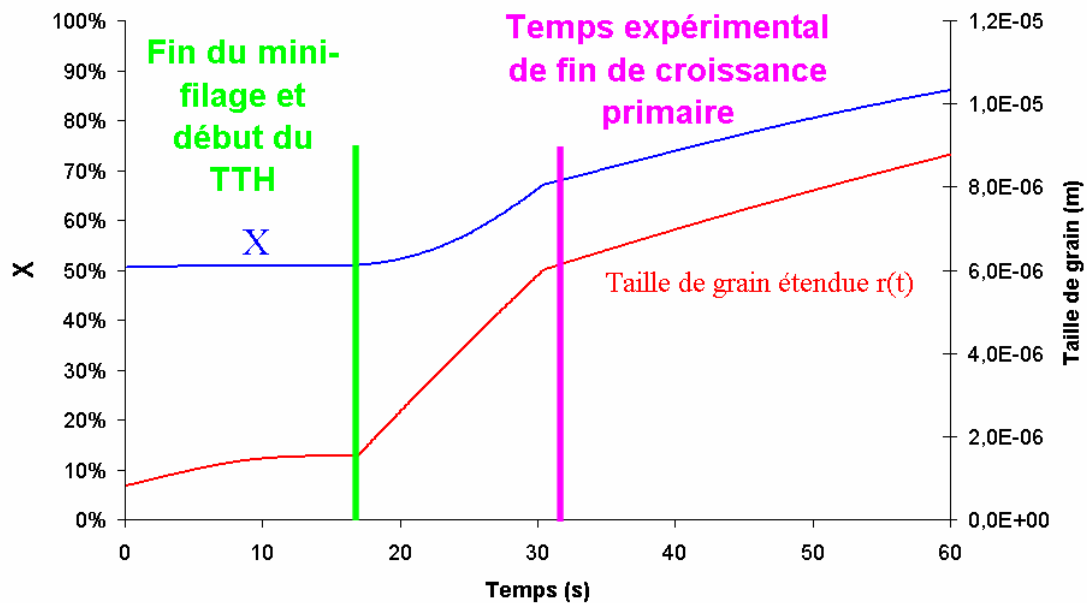


Figure 145 : Modélisation de l'évolution microstructurale lors du chauffage in situ en MEB.

Expérimentalement, un suivi d'une microstructure en cours de recrystallisation métadynamique a été fait (voir §III.1.4.2). Pour rappel il s'agit d'un prélèvement à cœur sur une barre de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  mini-filée à 685°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}/10$  subissant plusieurs montées rapides à 750°C et maintiens durant de courts instants. Cette expérience a notamment permis de mettre en évidence que l'évolution des grains fragmentés se produisait en deux temps avec tout d'abord une évolution très rapide apparentée à de la recrystallisation primaire en métadynamique et ensuite une évolution plus lente de type croissance de grain. La modélisation fixe comme critère de fin de recrystallisation primaire une taille de grain critique. Au moment où les évolutions semblent ralentir, la distribution de taille de grain présente un maximum à 6  $\mu m$ , c'est la raison du choix de cette valeur pour  $d_{CR}$ .

Ce cas de mini-filage a été modélisé et les évolutions post-dynamiques sont présentées en **Figure 145**. On observe une discontinuité de pente dans l'évolution du taux de recrystallisation ainsi que de la taille de grain étendue. Cette discontinuité se produit d'ailleurs bien au même moment que l'observation expérimentale, la valeur de la mobilité  $m$  (Equation 98) ayant été établie de cette façon. Cette discontinuité est modélisée par une division par un facteur  $k_p=3$  de la force thermodynamique  $P_G$  (voir équation 92) qui simule la fin de la recrystallisation primaire dans les amas lamellaires les plus déformés. Sur le graphique de la **Figure 144** ce phénomène est moins visible car il est gommé par le fait que la température n'est pas constante. Néanmoins, on note qu'en fin de traitement thermique, l'évolution de la taille de grain étendue est beaucoup plus lente qu'en tout début.

Sur la **Figure 146**, on peut observer que l'influence de la température de mini-filage sur le taux de recristallisation en fin de mini-filage est correctement reproduite. Un traitement thermique révèle bien l'effet de la vitesse de mini-filage sur l'énergie stockée et donc sur l'évolution des microstructures. Néanmoins, il semble que l'effet de la température de mini-filage sur l'énergie stockée soit légèrement surévalué, ce qui se traduit par une légère surestimation de la fraction recristallisée après filage à  $v_{ref}/10$  et traitement thermique.

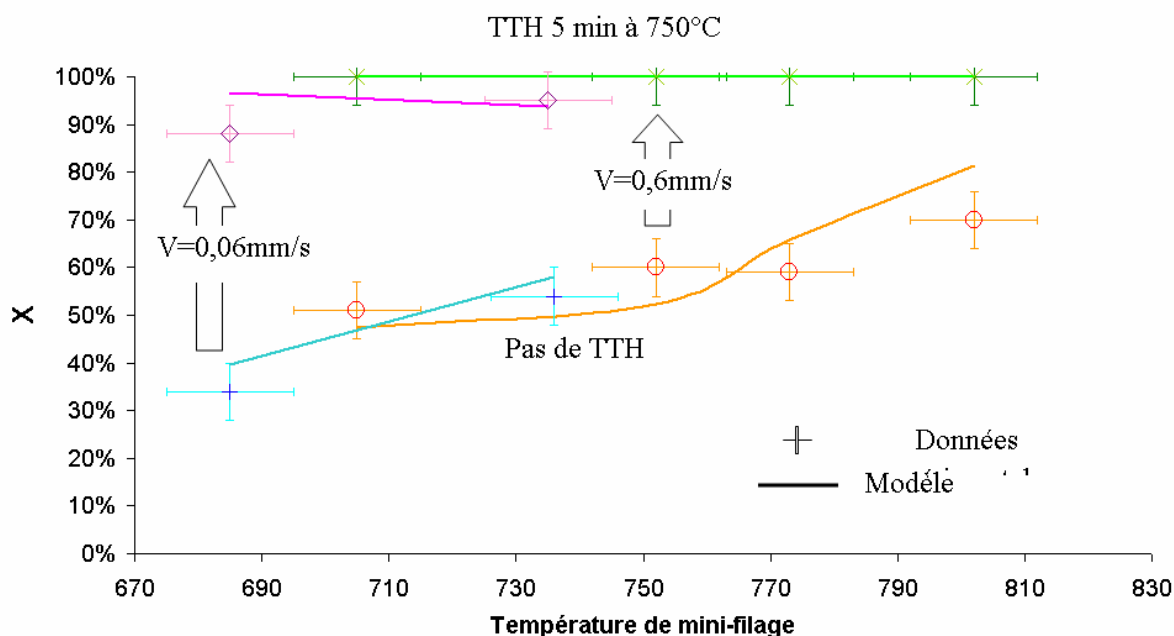


Figure 146 : Influence des conditions thermomécaniques de mini-filage sur le taux de recristallisation à cœur lors d'un filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$  suivi ou non d'un traitement thermique de 5 minutes à 750°C.



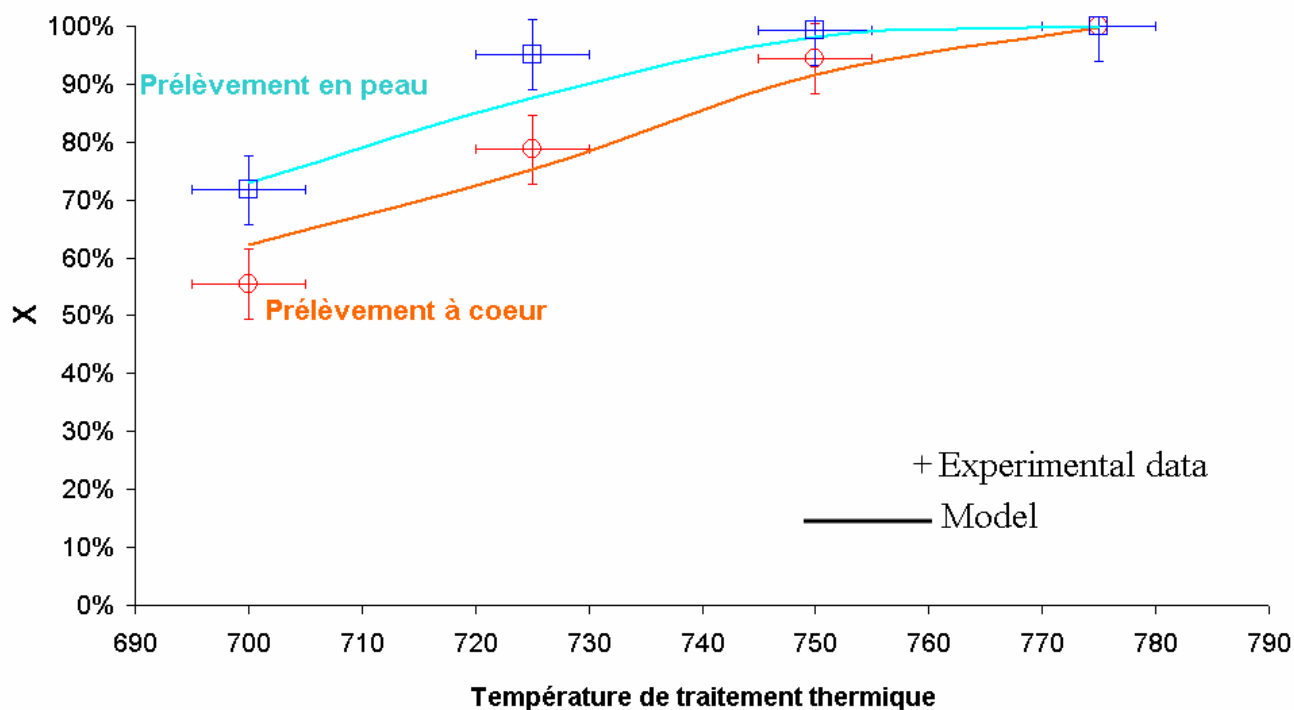


Figure 147 : Influence sur le taux de recristallisation de la température lors d'un traitement thermique de 2 minutes après un filage à 730°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

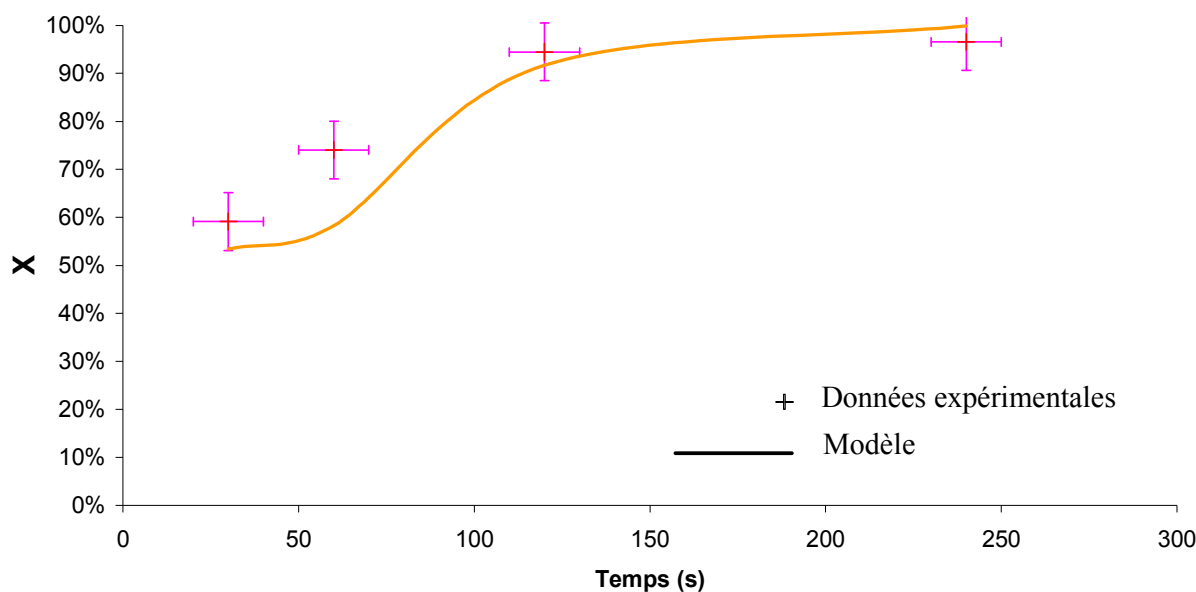


Figure 148 : Evolution du taux de recristallisation à coeur au cours d'un traitement thermique à 750°C après un filage à 730°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

L'évolution calculée du taux de recristallisation au cours d'un traitement thermique (voir **Figure 148**) est très proche de l'évolution expérimentale. On note clairement que, du fait du temps nécessaire au chauffage de l'échantillon (voir II.3), la montée en température fixe la progression du taux de recristallisation en début de traitement.

Les influences (a) de la température de traitement thermique, et (b) de l'histoire thermomécanique différente entre peau et cœur, sont bien reproduites par le modèle (voir **Figure 147**).

### IV.4.3. Etudes de sensibilité.

#### IV.4.3.1. Sensibilité aux données d'entrée.

Afin d'analyser de manière plus rigoureuse l'influence des conditions de mise en forme sur les réponses du modèle métallurgique, une étude de sensibilité a été faite. Ainsi un plan d'expériences a été réalisé autour d'un cas particulier en faisant varier toutes les données d'entrée. Un plan complet permettant de réaliser toutes les combinaisons possibles entre des niveaux hauts et des niveaux bas pour chaque donnée a donc été mis en œuvre.

Le cas de référence est le suivant :

- Matériau : Zircaloy-4 trempé, épaisseur de lamelles 7  $\mu\text{m}$ .
- Déformation à 0,5  $\text{s}^{-1}$  et 730°C jusqu'à une déformation de 2.19 (ce qui correspond en pratique à la déformation du centre de la barre lors d'un mini-filage avec  $\lambda = \lambda_{ref}$ ).
- Traitement thermique de 100 s à 725°C.

Ce cas permet d'obtenir un taux de recristallisation de 69,5 %. Cela correspond à peu près à la moyenne des taux de recristallisation observés expérimentalement sur les barres mini-filées, d'où le choix de ce cas précis. Les niveaux hauts et bas ont été choisis en enlevant ou en ajoutant 5 % aux données, excepté pour les températures où 10°C ont été enlevés ou ajoutés (voir **Tableau 14**). En effet, la sensibilité du comportement du Zircaloy- 4 à la température est très forte dans le haut domaine  $\alpha$ .

	niveau bas	niveau haut
Epaisseur de lamelles ( $\mu\text{m}$ )	6,65	7,35
Vitesse de déformation (/s)	0,475	0,525
Température de déformation (°C)	720	740
Déformation	2,0805	2,2995
Température du TTH (°C)	715	735
Temps du TTH (s)	95	105

Tableau 14 : Valeurs prises par les données d'entrée pour le plan d'expérience.

Les effets respectifs des données d'entrée sur la densité de grains recristallisés, la densité de dislocations en fin de déformation, le taux de recristallisation et la taille de grain sont présentés sur les **Figure 149** à **Figure 151**.

Il apparaît sur la **Figure 149** que le nombre de grains issus de la fragmentation est principalement influencé par le niveau de déformation atteint, effet bien connu de la recristallisation dynamique continue. Les autres conditions de déformation ne jouent qu'un très léger rôle.

La densité de dislocations en fin de déformation (**Figure 150**), force motrice dans la recristallisation métadynamique qui suit, est principalement influencée par la température durant la déformation et la vitesse de déformation. En effet, une variation de 5 % de la vitesse de déformation a très peu d'influence. Néanmoins, une variation d'une décade de la vitesse de déformation influe sur la densité de dislocations avec la même amplitude qu'une variation de 15°C de la température de mise en forme.

Le taux de recristallisation obtenu en fin de processus (déformation + refroidissement) (**Figure 151**) est influencé de manière significative par les conditions mécaniques de déformation, mais surtout par les conditions de traitement thermique. Cela est d'ailleurs tout à fait cohérent avec le fait qu'expérimentalement, la microstructure obtenue après mini-filage semble être principalement la conséquence des effets métadynamiques, que ce soit lors du refroidissement après mini-filage ou lors des traitements thermiques qui peuvent suivre.

A noter que l'influence de l'épaisseur des lamelles, même si elle reste faible, ne va pas dans le même sens que les résultats expérimentaux. En effet, en torsion, on observe que plus l'épaisseur de lamelles est importante, plus la recristallisation est faible (voir III.1.5.2). Cela s'explique par le fait que l'épaisseur de lamelle n'influe dans le modèle que pour initialiser la taille des cristallites (voir IV.2.2). Or, en réalité, l'épaisseur de lamelle qui est la conséquence d'une trempe plus ou moins rapide, influe sur la distribution et la taille des précipités, donc sur la mobilité de joint de grain. De plus, la non prise en compte de la migration des joints de grains dans le modèle de CDRX [GOU 03] tend à accentuer l'influence de la taille initiale de cristallite sur le taux de recristallisation final.

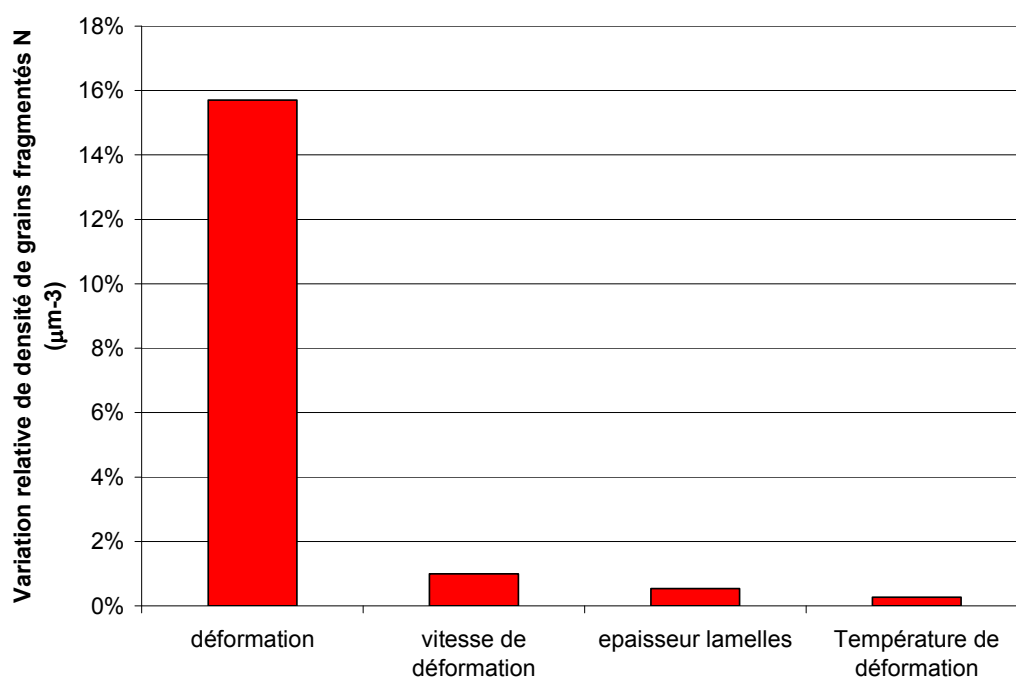


Figure 149 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou 10°C) sur la valeur relative de la densité de grains recristallisés.

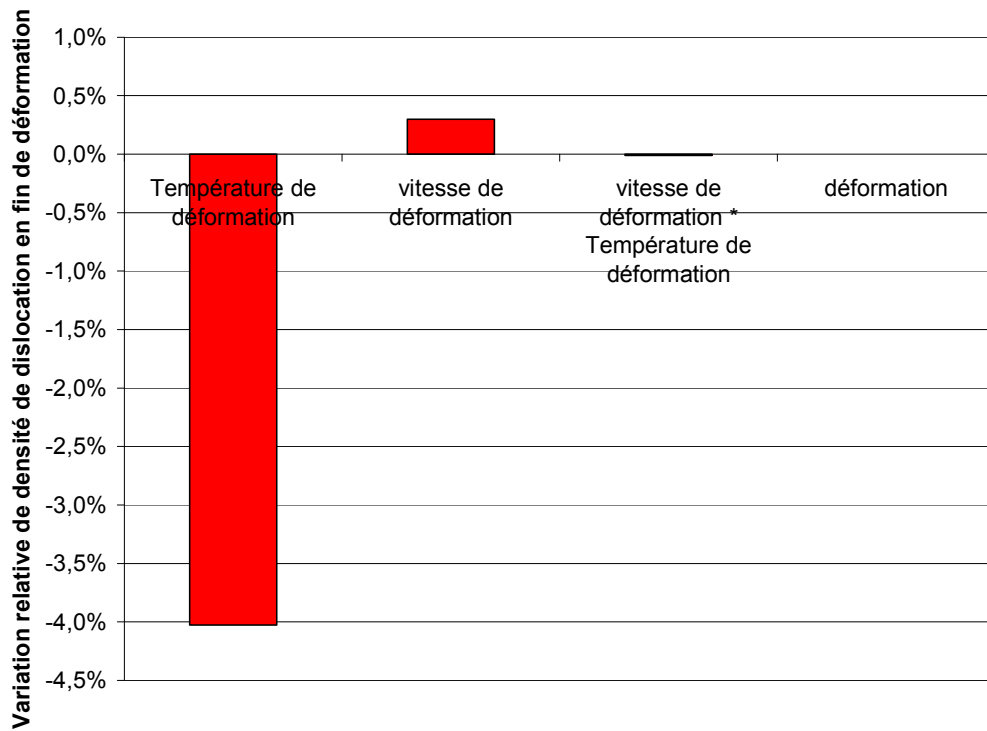


Figure 150 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou 10°C) sur la valeur relative de la densité de dislocations en fin de déformation.

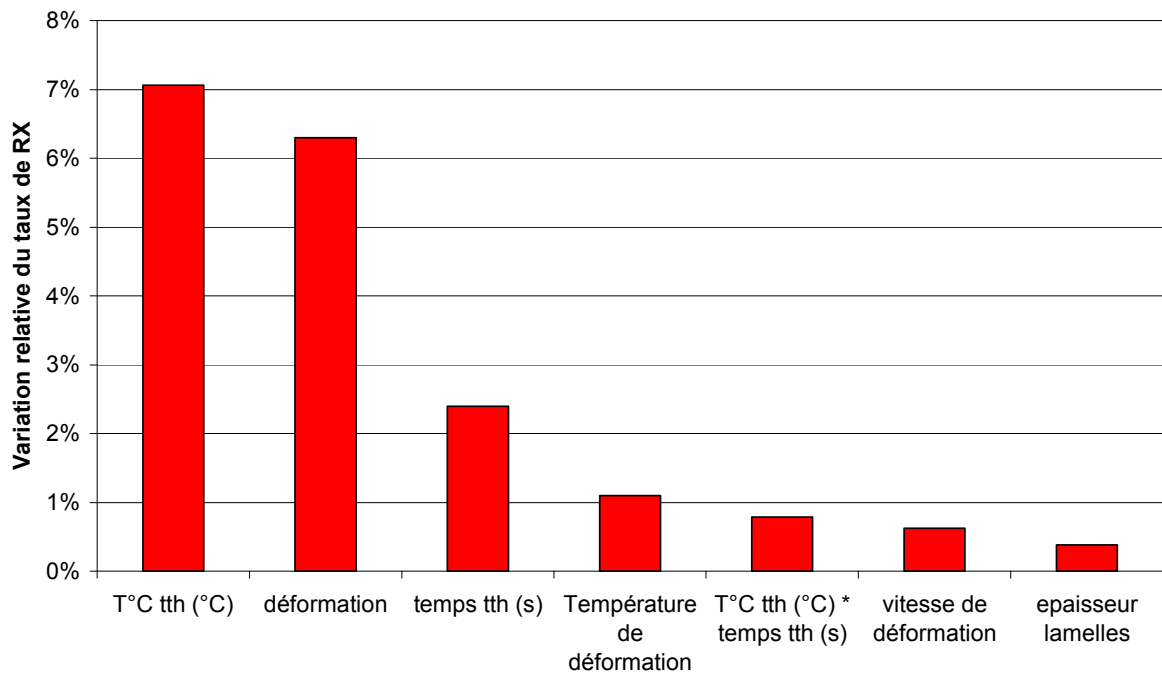


Figure 151 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou 10°C) sur la valeur relative du taux de recristallisation.

#### IV.4.3.2. Sensibilité au paramétrage.

De la même façon que précédemment un plan complet à deux niveaux est réalisé autour d'un cas défini afin de déterminer le poids de chaque paramètre du modèle. Le cas de référence choisi est un cas de mini-filage avec une température initiale de billette de 730°C (température max en filière 772°C),  $v_{\text{ref}}$  avec  $\lambda = \lambda_{\text{ref}}$  sur du Zircaloy-4 trempé- $\beta$  avec une épaisseur de lamelle de 7  $\mu\text{m}$  suivi d'un traitement thermique de 100 s à 725°C. Ce cas de référence conduit à un taux de recristallisation de 67 %. Les niveaux haut et bas de chaque paramètre correspondent à une augmentation ou une diminution de 1 % de la valeur du paramètre.

Il apparaît que le paramètre le plus sensible sur la valeur du taux de recristallisation (**Figure 152**) est l'énergie d'activation de la mobilité de joint de grain, ce qui n'est pas étonnant compte tenu du fait que la microstructure finale est surtout le résultat d'une recristallisation métadynamique. On remarque aussi qu'une variation de 1 % de paramètres comme  $t_{p0}$ ,  $k_p$ , et  $m_U$  a très peu d'impact sur le résultat final et que l'effet de  $n_a$ ,  $m_0$ ,  $d_{CR}$ ,  $\Omega_0$  et  $v$  est assez réduit. Ainsi, l'imprécision obtenue quant à leur identification doit être assez importante. Cependant, comme il existe des couplages importants entre certains paramètres comme par exemple entre  $m_0$  et  $Q_G$ , il n'est pas possible de savoir avec cette étude si l'incertitude sur la détermination des autres paramètres est faible ou non. Par exemple, on peut affirmer que l'incertitude sur  $m_0 e^{-Q_G}$  est faible mais il est difficile d'avoir une idée de celle sur  $m_0$  ou  $Q_G$ .

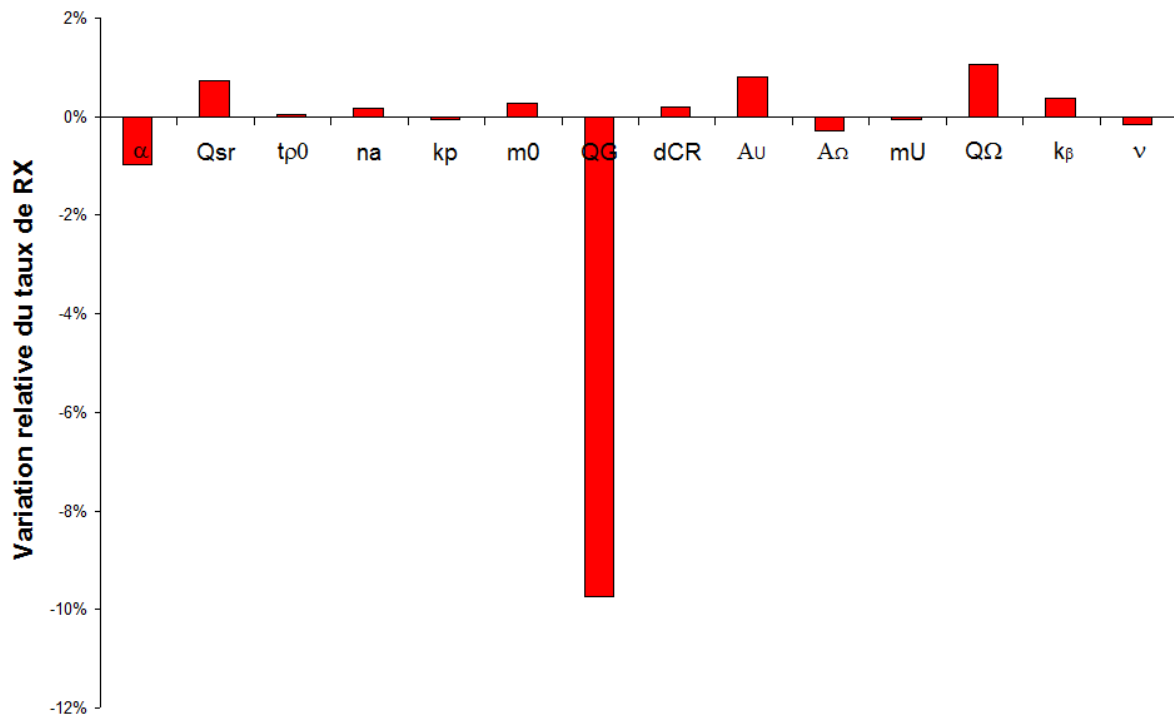


Figure 152 : Effet relatif sur le taux de recristallisation d'une variation de 1 % sur les paramètres du modèle.

#### ***IV.4.4. Discussion.***

Le modèle microstructural présenté ici permet d'obtenir de bons résultats en terme de prédiction des taux de recristallisation en mini-filage à chaud pour le cas du Zircaloy-4. Il s'appuie sur deux fortes hypothèses dont il importe ici de discuter la validité :

- D'une part, le modèle d'activation de la croissance de grain introduit une probabilité  $n_a$  d'activation des grains constante, c'est-à-dire indépendante des conditions thermomécaniques. L'activation se produit juste après la déformation, sans considérer de temps d'incubation.
- La seconde hypothèse forte est que la déformation est supposée homogène à l'échelle d'un volume élémentaire.

Il est difficile de discuter la validité de la première hypothèse, car nous ne disposons pas de données expérimentales directes sur l'influence des conditions thermomécaniques sur le phénomène d'activation de la croissance des grains. Néanmoins, les expériences in-situ en microscopie électronique semblent valider le fait que l'activation se produit massivement juste après la déformation. En ce qui concerne la seconde hypothèse, il en va tout autrement. Expérimentalement il a été mis en évidence de fortes hétérogénéités de déformation sur un matériau issu de la trempe depuis la phase  $\beta$ . Ces différences de déformation d'un amas lamellaire à l'autre sont la conséquence d'une différence de contrainte d'écoulement plastique, différence induite par les différences d'orientation cristallographique et du faible nombre de systèmes de glissement activables dans un matériau de structure hexagonale. Néanmoins, les conséquences des hétérogénéités de déformation sur le taux de recristallisation global ont été intégrées indirectement dans le modèle. En effet, il a été constaté expérimentalement que les différences de déformation entre les amas lamellaires génèrent à la fois une localisation de la fragmentation, et une plus forte densité de dislocations dans les zones fortement déformées où la fragmentation a eu lieu préférentiellement. Ainsi, durant un maintien en température, on observe une évolution microstructurale en deux phases, avec une première phase de croissance très rapide de grains issus de la fragmentation dans les zones fortement écrouies, puis, à partir du moment où ces zones sont entièrement recristallisées, une seconde phase où on assiste à la croissance plus lente de grains dans les zones recristallisées, ces mêmes zones se développant au détriment des amas lamellaires peu ou pas fragmentés. Le modèle permet une description de l'effet de ce phénomène sur le taux de recristallisation en diminuant artificiellement la force thermodynamique agissant sur le déplacement des joints de grains, à partir d'une taille critique de grains recristallisés.

La limitation du modèle est donc que la croissance de grain dans les zones déjà complètement recristallisées n'est pas correctement modélisée en supposant un nombre de grains constant. En réalité le nombre de grains diminue, et la taille de grain calculée est donc différente de la taille observée expérimentalement, dès que le temps de traitement thermique a permis de dépasser une taille critique de grain. Pour remédier à ce problème nous avons proposé d'utiliser une équation de type (101) au-delà de la taille critique de grain, mais cette équation apparaît trop simple. Une correction du premier ordre consisterait à considérer l'effet

de « Zener drag » mentionné à l'équation (101), mais une étude plus approfondie serait certainement nécessaire pour arriver à des résultats quantitatifs.

Enfin, on notera que le principal apport de ce travail concerne la mise au point d'un couplage entre la modélisation de la CDRX [GOU 03] et un modèle de recristallisation métadynamique. Il est intéressant de noter que les paramètres du modèle global ont été identifiés à partir d'observations au microscope optique, d'essais mécaniques, et d'observations in situ dans le MEB, adjointes à des mesures EBSD. Certains paramètres, identifiés numériquement, peuvent aussi être estimés à l'aide de mesures EBSD systématiques, voire d'observations en MET. C'est notamment le cas des paramètres  $\beta$  et  $\nu$  (voir équations 85 et 86).

#### IV.5. Identification des paramètres du modèle : Zr-1Nb.

Etant donné le manque de données dans la littérature relatives à cet alliage il n'est pas possible de construire un modèle spécifique et d'identifier ses paramètres de manière aussi fine que pour le Zircaloy-4, à moins d'effectuer des observations à des échelles bien plus basses que celle de la microscopie optique (MEB-FEG + EBSD, MET). En effet, comme indiqué au chapitre III (voir III.1.1 et III.2.1), la taille caractéristique de la structure avant et après filage est beaucoup plus fine que celle du Zircaloy-4. Il s'agit donc ici d'adapter très simplement au M5 le modèle du Zircaloy-4 et d'analyser les réponses du modèle à travers une étude de sensibilité. Une étude plus détaillée sort du cadre de ce travail, vu les moyens de caractérisation qu'elle implique.

Compte tenu des observations faites en microscopie optique, on suppose que le comportement microstructural durant la déformation est identique à celui du Zircaloy-4 (fragmentation par CDRX), mais que cet alliage ne recristallise pas métadynamiquement. En outre, l'écrouissage est modélisé comme s'il n'y avait qu'une seule phase en présence lors de la déformation bien que le filage se fasse dans le domaine biphasé. Les paramètres du modèle d'écrouissage sont identifiés à partir d'essais de torsion du Zr-1Nb. Enfin, le paramétrage du modèle de fragmentation ( $\alpha$ ) et les paramètres de globularisation ( $\beta$  et  $\nu$ ) sont supposés identiques à ceux du Zircaloy-4.

La contrainte effective (équation 75) est identifiée à partir des essais de torsion avec sauts de vitesse comme précédemment (voir III.2.5). Cependant, étant donné que les essais n'ont été réalisés qu'à une seule température pour le Zr-1Nb, les valeurs de la sensibilité à la vitesse ainsi que de l'énergie d'activation sont celles relatives au Zircaloy-4 :

- $m_V=0,2$
- $Q_V=21,9 \text{ kJ/mol}$

Le seul paramètre restant à identifier est  $k_V$  qui prend la valeur suivante :

- $k_V=1,55.10^8 \text{ MPa.s}^{0,2}$

La contrainte effective est donc plus faible que pour le Zircaloy-4, comme la contrainte d'écoulement. Le paramétrage de  $U$  et  $\Omega$ , variables de la loi d'écrouissage (voir équation 77) servant à la définition de la contrainte interne (voir équation 76) est défini de manière légèrement différente par rapport au Zircaloy-4. En effet, il apparaît sur les courbes contrainte-déformation des essais de torsion que la contrainte d'écoulement est beaucoup plus sensible à la profondeur de prélèvement dans la billette de départ, donc à la vitesse de trempe (voir III.2.3). Ainsi, même si  $\Omega$  prend toujours la forme de l'équation 78, nous exprimons  $U$  :

$$U = A_U v_{trempe} \dot{\epsilon}^{m_U} \quad (\text{Équation 103})$$

où  $v_{trempe}$  prend la valeur de 1 à cœur et de 1,12 en peau. Par rapport au Zircaloy-4, on trouve donc ici une dépendance explicite du modèle à la taille de lamelle. Rappelons que cette dernière n'intervient que comme valeur initiale de taille de grain (avant déformation) dans le cas du Zircaloy-4.

Le paramétrage obtenu est le suivant :

- $Q_\Omega = 95 \text{ kJ/mol}$
- $m_U = 0,15$
- $A_\Omega = 7\,470\,000$
- $A_U = 18\,000 \text{ mm}^{-2} \cdot \text{s}^{0,15}$

On vérifie que l'ensemble du modèle rhéologique permet bien d'avoir une énergie d'activation apparente de 225 kJ/mol et une sensibilité apparente à la vitesse de 0,13 comme mesuré expérimentalement (voir III.2.5). A noter que, par rapport au Zircaloy-4, les valeurs de  $U$  sont beaucoup plus importantes et les valeurs de  $\Omega$ , un petit peu plus grandes, ce qui conduit à des densités de dislocations deux fois supérieure pour des conditions thermomécaniques équivalentes. Enfin, comme pour le modèle du Zircaloy-4, on prend  $\alpha=0,12$ ,  $v=0,15$  et  $k_\beta=0,5$ . Cependant, comme le paramétrage du modèle d'écrouissage génère des grains recristallisés plus tôt dans le Zr-1Nb que dans le Zircaloy-4,  $\varepsilon_0$  est pris égal à 0,2 au lieu de 0,5. A noter qu'il n'est pas possible à partir d'observation en microscopie optique d'obtenir une valeur expérimentale pour  $\varepsilon_0$  contrairement au cas du Zircaloy-4.

## IV.6. Analyse des résultats obtenus sur Zr-1Nb.

### **IV.6.1. Comportement du modèle.**

Dans ce paragraphe, le comportement de l'ensemble du modèle va être analysé en suivant un volume élémentaire à cœur de lopin lors d'un mini-filage à 772°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$  de la même façon que pour le Zircaloy-4 détaillé en IV.4.1. Les conditions de mise en forme sont ainsi les mêmes qu'en **Figure 137**. On considère un matériau issu de la trempe depuis le domaine  $\beta$  prélevé à mi-rayon ( $v_{trempe}=1,06$  par interpolation linéaire). On suppose arbitrairement que l'épaisseur de lamelle est de 5  $\mu\text{m}$  (cette valeur est cohérente en terme



d'ordre de grandeur avec la réalité ; néanmoins, la variabilité est très importante et il est difficile de dire à quelles conditions de trempe correspond une telle valeur, voir III.2.1.1)

En **Figure 153** sont présentées les évolutions de  $U$  et de  $\Omega$ . On note que l'évolution au cours de la déformation est similaire à celles sur Zircaloy-4, néanmoins, on constate que les valeurs de  $U$  et  $\Omega$  sont plus élevées.

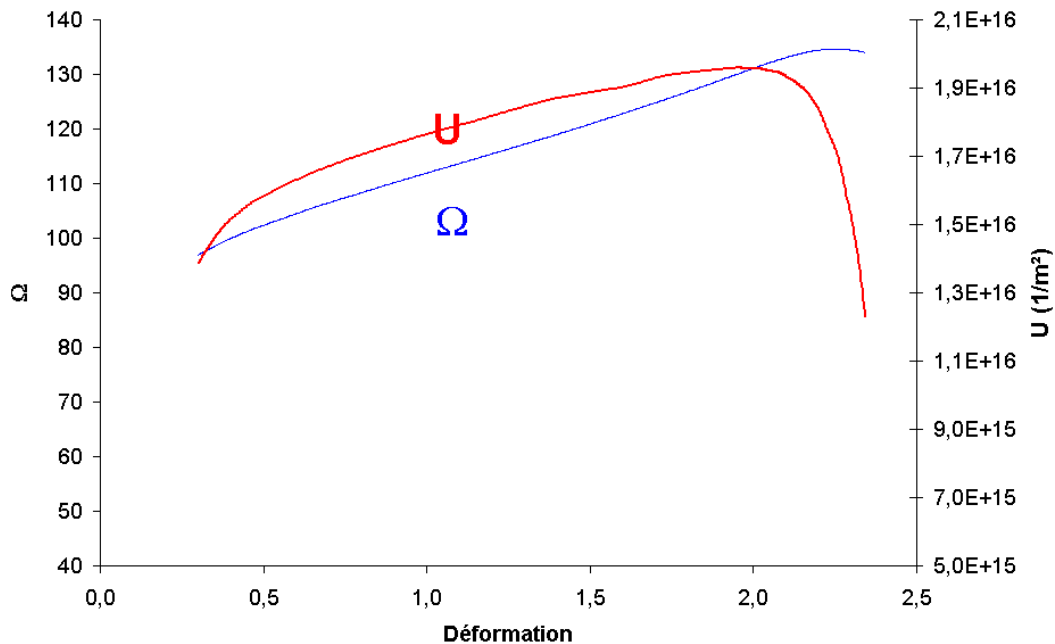


Figure 153 : Evolution de  $U$  et  $\Omega$  à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

L'évolution de la densité de dislocations (voir **Figure 154**) présente un plateau sur la majeure partie de la courbe comme pour le Zircaloy-4. Cependant, on note que la chute en fin de mini-filage est plus importante du fait de la sensibilité à la vitesse plus importante de  $U$  ( $m_U=0,15$  pour le Zr-1Nb et  $m_U=0,06$  pour le Zircaloy-4).

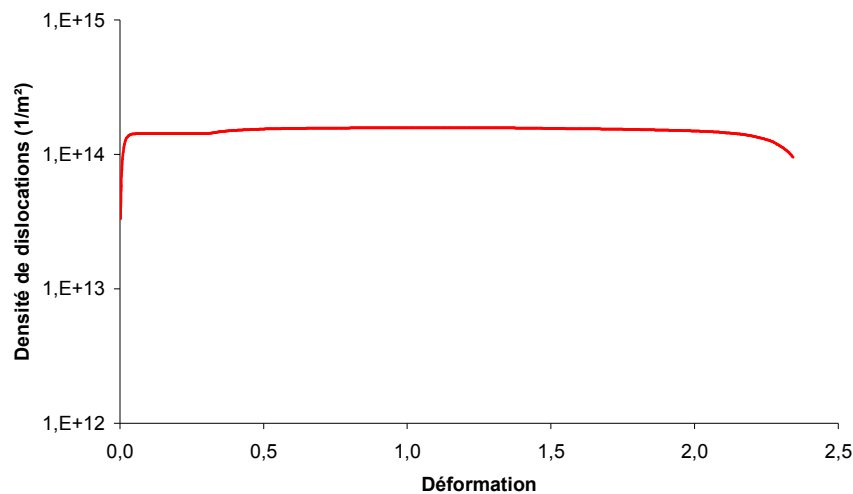


Figure 154 : Evolution de la densité de dislocations à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,

$v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

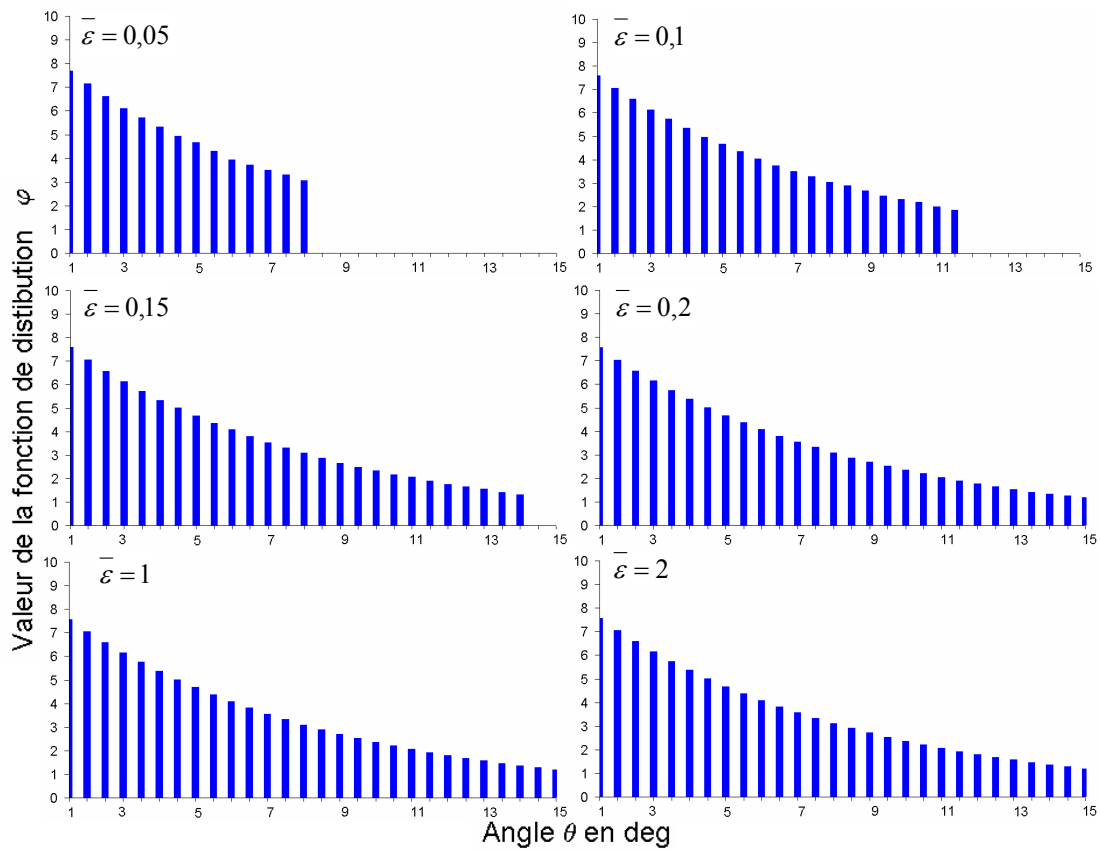


Figure 155 : Evolution de la fonction de distribution des désorientations cristallographiques de sous grains  $\varphi$  à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

Ainsi, compte tenu que la valeur de  $U$  est plus élevée, en régime permanent, la valeur de  $\Omega\rho$  l'est aussi ( $d\rho = (U - \Omega\rho)d\varepsilon = 0$ ). De plus, comme le produit  $\Omega\rho$  est le moteur de la CDRX, les phénomènes s'en trouvent accélérés. C'est pourquoi c'est dès une déformation de 0,2 que les premiers nouveaux joints de grain (désorientation de 15°) commencent à se former (voir **Figure 155**).

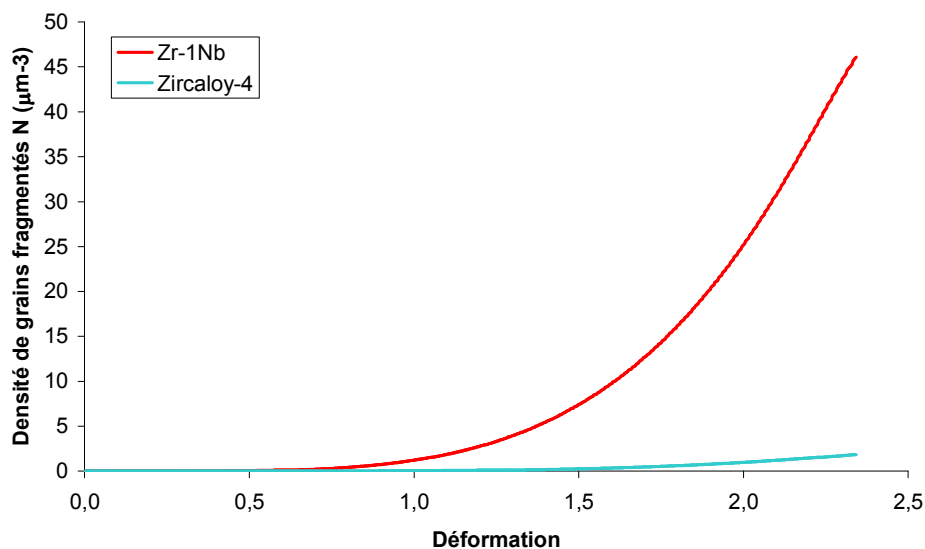


Figure 156 : Evolution de la densité de grain recristallisés  $N$  à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

On note que la valeur de la densité de grains fragmentés  $N$  est beaucoup plus importante que pour le Zircaloy-4 (voir **Figure 156**). Cela est lié au fait que, dans le modèle Zr-1Nb, le terme source  $\Omega\rho$  est plus important et ainsi la densité de nouveaux joints de grain est beaucoup plus importante ce qui tend à créer plus de grains fragmentés.

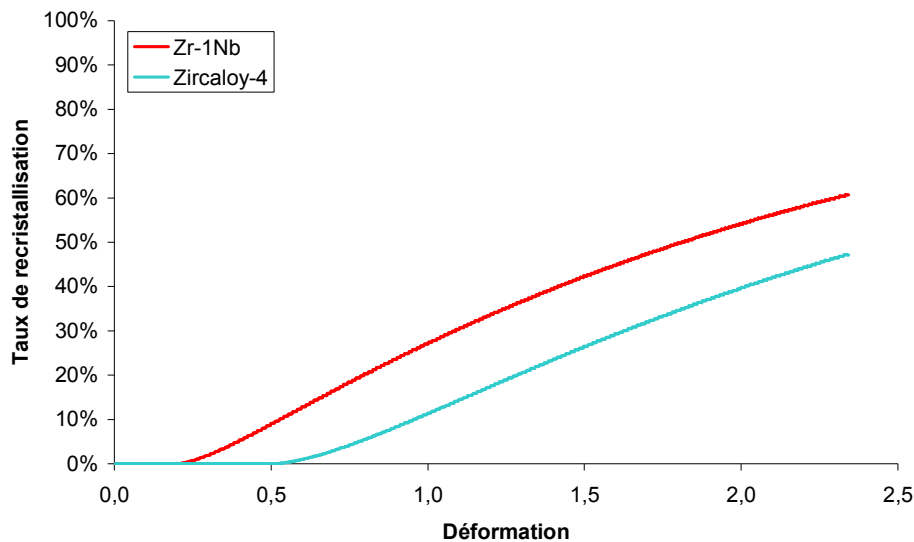


Figure 157 : Evolution du taux de recristallisation à cœur lors d'un mini-filage à 773°C,  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

Par contre, le taux de recristallisation croît dès que la déformation dépasse 0,2 (contre 0,5 pour le Zircaloy-4) et augmente ensuite avec une pente qui tend à diminuer, l'évolution est ainsi similaire au cas du Zircaloy-4 (voir **Figure 157**). La valeur atteinte en fin de mini-filage est de l'ordre de 61 %, mais étant donné qu'aucune observation ne confirme ce résultat (grains recristallisés trop petits à voir en microscopie optique et pas de caractérisations en MET), il est à prendre avec certaines réserves.

## IV.6.2. Etudes de sensibilités.

### IV.6.2.1. Sensibilité aux données d'entrée.

Une étude de sensibilité aux données d'entrée a été menée afin de voir comment les conditions thermomécaniques influent sur les résultats du modèle. Le cas de référence choisi est le même que celui présenté au paragraphe IV.6.1 :

- Matériau : Zr-1Nb trempé, épaisseur de lamelles 5μm,  $v_{trempe} = 1,06$  (voir équation 103).
- Filage à 772°C,  $v_{ref}$  avec  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

On réalise autour de ce cas de référence, de la même façon que pour le Zircaloy-4, un plan d'expériences complet à 2 niveaux en donnant aux variables les valeurs suivantes :

	niveau bas	niveau haut
Epaisseur de lamelles ( $\mu\text{m}$ )	4,75	5,25
Vitesse de filage (mm/s)	$0,95 \cdot v_{\text{ref}}$	$1,05 \cdot v_{\text{ref}}$
Température de filage ( $^{\circ}\text{C}$ )	762	782
Rapport de filage	$0,95 \cdot \lambda_{\text{ref}}$	$1,05 \cdot \lambda_{\text{ref}}$
Vitesse de trempe	1,01	1,11

Tableau 15 : Valeurs prises par les données d'entrée pour le plan d'expérience.

Il apparaît que les seuls paramètres influents sont le niveau de déformation atteint, la structure initiale et la vitesse de filage. Les résultats sont présentés sur les **Figure 158** à **Figure 160**. L'effet de la déformation est le seul qui soit véritablement important. A noter cependant que si une augmentation de la déformation augmente fortement le nombre de grains fragmentés (**Figure 158**) et diminue sensiblement leur taille (**Figure 159**), l'effet sur le taux de recristallisation est plus faible (**Figure 160**).

De manière qualitative, un effet de la vitesse de déformation sur la taille de grain a été observé expérimentalement (voir III.2.2). Cependant, la taille de ces grains étant de l'ordre du micron, aucune quantification n'a pu être faite en microscopie optique. La modélisation va dans le même sens et prévoit une augmentation de la taille de grain avec la diminution de la vitesse de filage. Néanmoins, faute de quantification expérimentale, l'amplitude de cet effet ne peut être discutée. Des observations en MEB-FEG ou en MET seraient intéressantes dans la mesure où elles permettraient de valider le modèle de fragmentation indépendamment d'une phase métadynamique de croissance de grain.

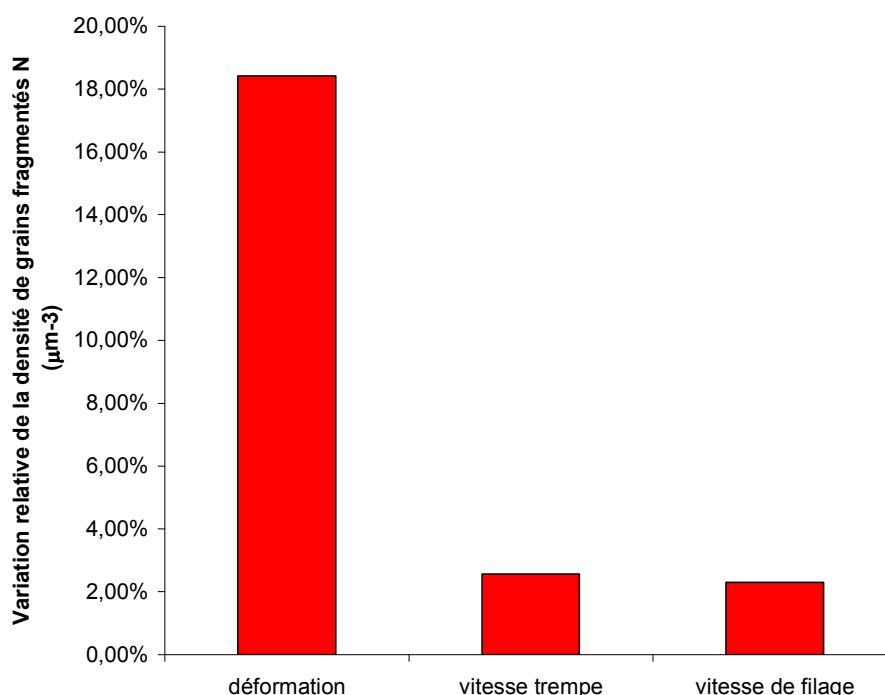


Figure 158 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou  $10^{\circ}\text{C}$ ) sur la valeur relative de la densité de grains recristallisés.

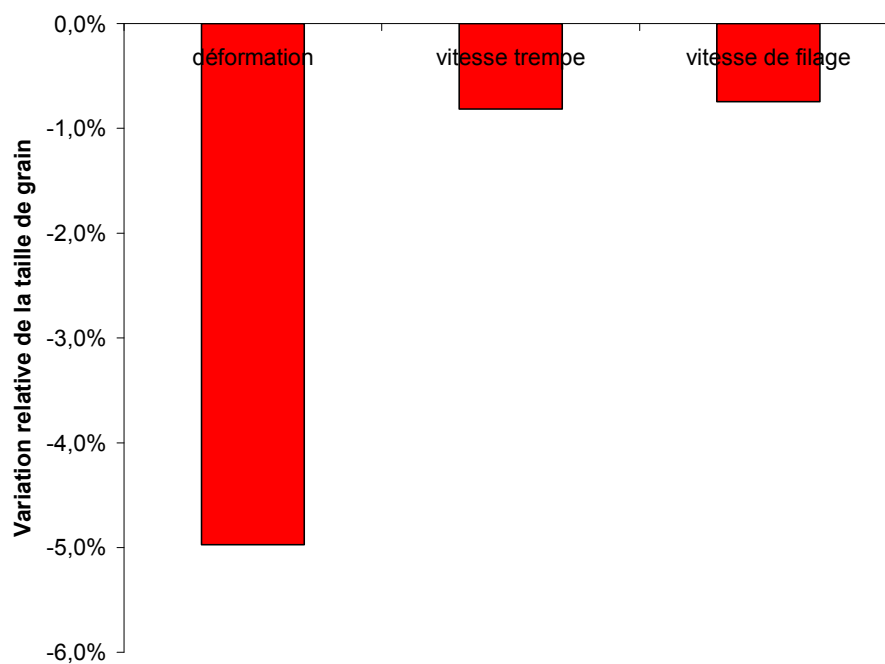


Figure 159 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou 10°C) sur la valeur relative de la taille de grain.

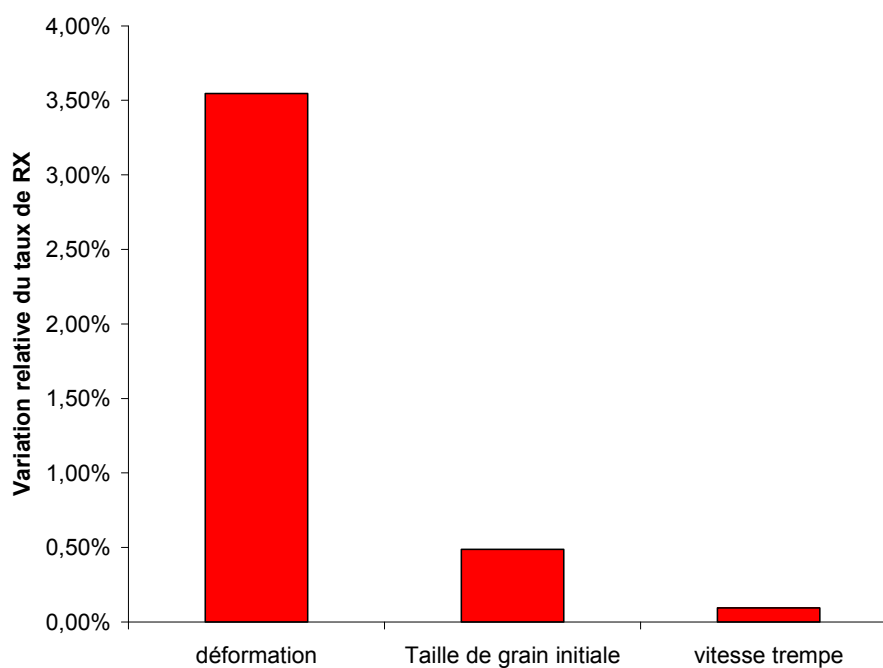


Figure 160 : Effet d'une variation de 5 % d'un paramètre (ou 10°C) sur la valeur relative du taux de recristallisation.

#### IV.6.2.2. Sensibilité au paramétrage.

De la même façon que ci-dessus, une étude de sensibilité au paramétrage autour du même cas de référence a été faite. Il apparaît ainsi que les paramètres les plus influents sur le taux de recristallisation (**Figure 161**) sont  $\alpha$ ,  $k_\beta$  et  $v$  (équation 80, 86 et 88). La taille de grain (**Figure 162**).n'est, quant à elle, affectée que par  $\alpha$ ,  $v$  et  $A_U$  (équation 78).

Ainsi, si les hypothèses de départ du modèle ne faussent pas trop les prédictions, un ajustement du modèle pourrait se faire sur les paramètres cités, dès lors que des données expérimentales seront disponibles.

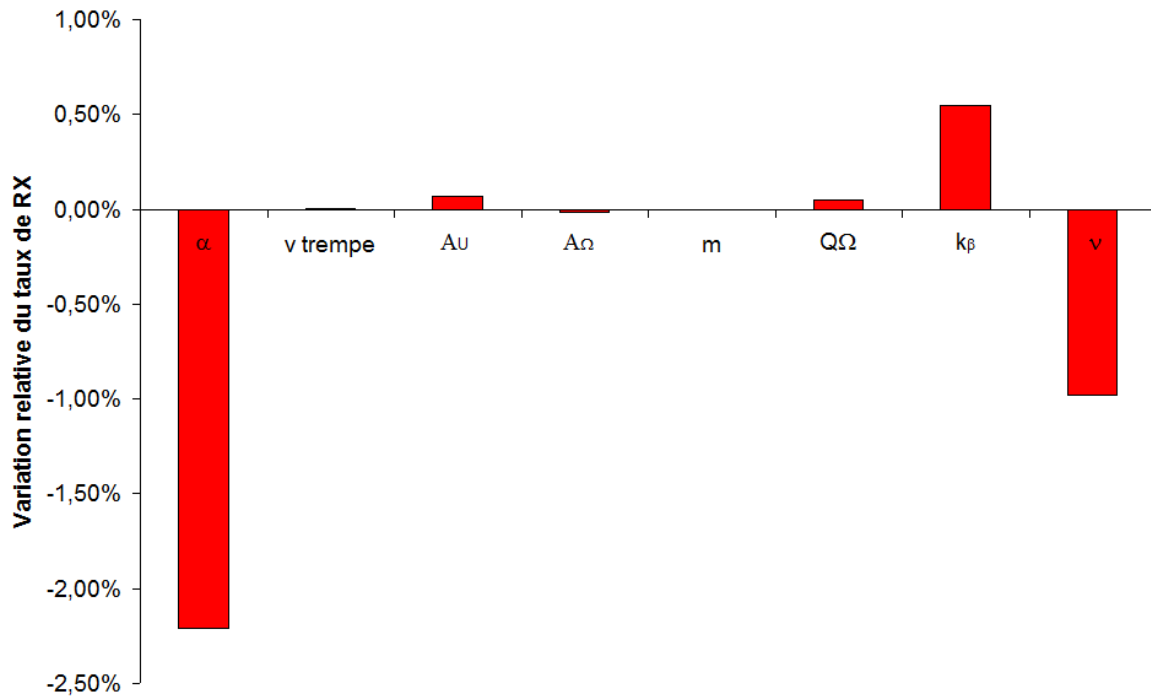


Figure 161 : Effet relatif sur le taux de recristallisation d'une variation de 1% sur les paramètres du modèle.

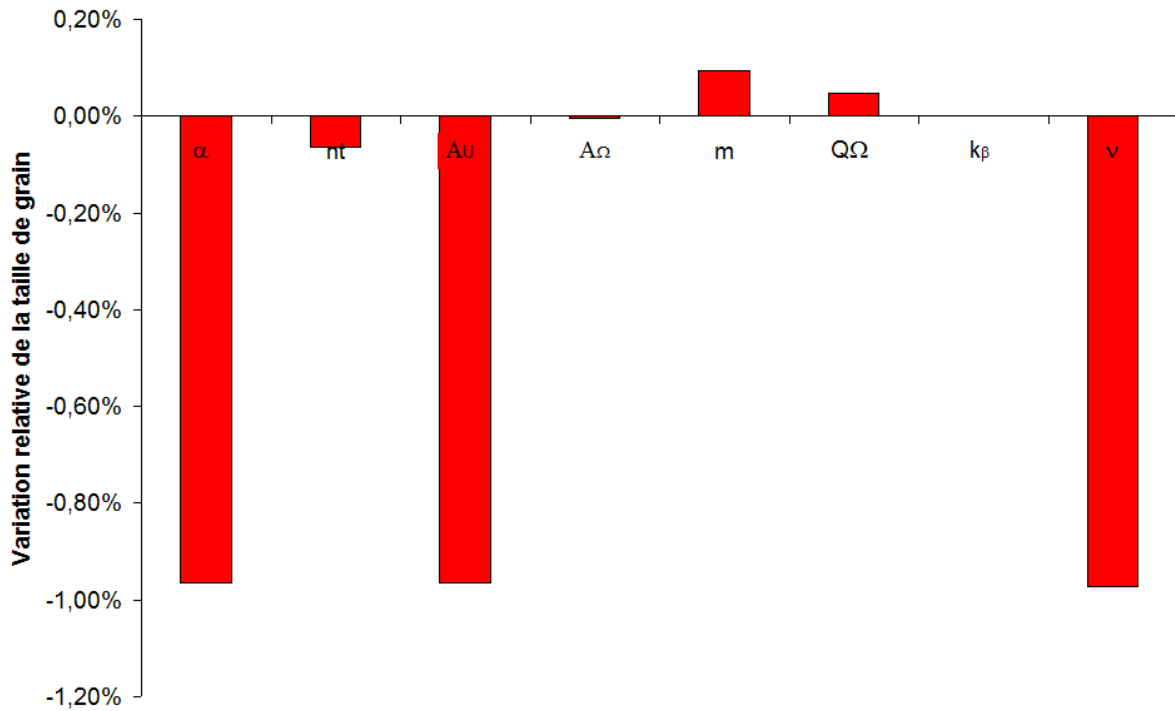


Figure 162 : Effet relatif sur la taille de grain recristallisé d'une variation de 1% sur les paramètres du modèle.

#### IV.6.3. Discussion.

Tout d'abord, il faut préciser que le modèle présenté ici est une transposition de celui construit pour le Zircaloy-4. Ainsi, en plus des hypothèses faites pour le cas du Zircaloy-4 s'ajoutent de fortes simplifications :

- Le modèle d'écrouissage est monphasé alors que deux phases sont en présence lors de la déformation (environ 10% de phase  $\beta_{Zr}$  à 750°C).
- On suppose qu'il y a une fragmentation de la structure par CDRX en phase  $\alpha$  alors que cela n'a pas été validé. Comme souligné dans le chapitre III (voir III.2.4), il est probable que la présence de la phase  $\beta$  ait pour effet de concentrer la déformation dans cette phase, et donc de diminuer la déformation dans la phase  $\alpha$ . Ceci aurait pour conséquence de ralentir la formation de grains fragmentés, contrairement à ce que montrent les **Figure 156** et **Figure 157** où la production de grains fragmentés est accélérée par rapport au Zy4.
- On considère que les joints de grains ne sont pas mobiles alors que des observations après de très longs traitements thermiques montrent que la mobilité n'est pas nulle, même si elle est faible.

Néanmoins, une étude de sensibilité montre que les conditions de mise en forme sont peu influentes sur le taux de recristallisation. Cela suggérerait que le mini-filage du Zr-1Nb biphasé issu de la trempe depuis la phase  $\beta$  donnerait toujours une structure fine, fibrée et pas complètement recristallisée. Expérimentalement (voir III.2.4), il semble que cela provienne du

fait que la formation de phase  $\beta$  autour des lamelles et aiguilles confine toute évolution microstructurale à l'intérieur de chaque lamelle. Ainsi, pour modifier l'état microstructural final en fin de filage, il faudrait soit changer l'état microstructural de départ (taille des lamelles et aiguilles voire pas de trempe), soit déformer l'alliage en phase  $\alpha$ . Comme le filage en phase  $\alpha$  semble difficile à imaginer (technologiquement), la seule option qui apparaisse réalisable consisterait à jouer sur la microstructure initiale, par des traitements thermomécaniques appropriés.



## IV.7. Modélisation du frottement en mini-filage à chaud.

Dans ce paragraphe sont présentés les travaux réalisés soit à partir de la loi rhéologique de lubrifiant obtenue au chapitre III (III.3.3) soit à l'aide de la simulation numérique éléments finis du mini-filage.

### **IV.7.1. Calcul des cissions de frottement dans le conteneur.**

En régime de lubrification hydrodynamique du filage, le lubrifiant étant supposé adhérer parfaitement aux parois, la vitesse de cisaillement est déterminée par la vitesse de filage  $v$  et l'épaisseur du dépôt de lubrifiant  $e_{\text{lub}}$ .

$$\dot{\gamma}_{\text{lub}} = \frac{v}{e_{\text{lub}}} \quad \text{(Équation 104)}$$

Il s'agit d'un ordre de grandeur, car la formation du film lubrifiant la filière fait que le film ne subit pas tout à fait un cisaillement simple ; nous y reviendrons ci dessous.

Ainsi, considérant la température du film  $T_{\text{lub}}$ , on peut simplement déterminer la cission  $\tau$  dans le film lubrifiant à partir du modèle rhéologique du lubrifiant :

$$\tau = K \dot{\gamma}_{\text{lub}} e^{\delta(T_{\text{lub}} - T_0)} \quad \text{(Équation 105)}$$

Cette formule simple permet ainsi de comparer les cissions calculées à partir de la loi rhéologique du lubrifiant aux valeurs déduites de la mesure de la force de filage en section III.3.1.1 (voir **Figure 114**).

On constate ainsi que le calcul fournit des valeurs de cission du même ordre de grandeur que les valeurs expérimentales, mais nettement plus faibles d'un facteur de l'ordre de 2 pour le Zy-4 et 3-3,5 pour le Zy-1Nb. Les paramètres rhéologiques du lubrifiant déduits des essais de piégeage fournissent donc une sous-estimation du frottement le long du conteneur. Cet écart peut avoir diverses causes :

- La température de filage considérée est la température de filière ; or le long du conteneur, la température est certainement plus faible de 20 à 30°C (voir IV.1).
- Dans les essais de piégeage, la pression de contact est de l'ordre de la contrainte d'écoulement plastique du métal  $\sigma_0$  alors que la pression de filage est supérieure :  $\sigma_0 \ln \lambda \sim 2 \sigma_0$ . Or les cissions des films minces ayant tendance à augmenter avec leur pression, les essais de piégeage sous-estiment peut être la cission réelle du lubrifiant le long du conteneur.

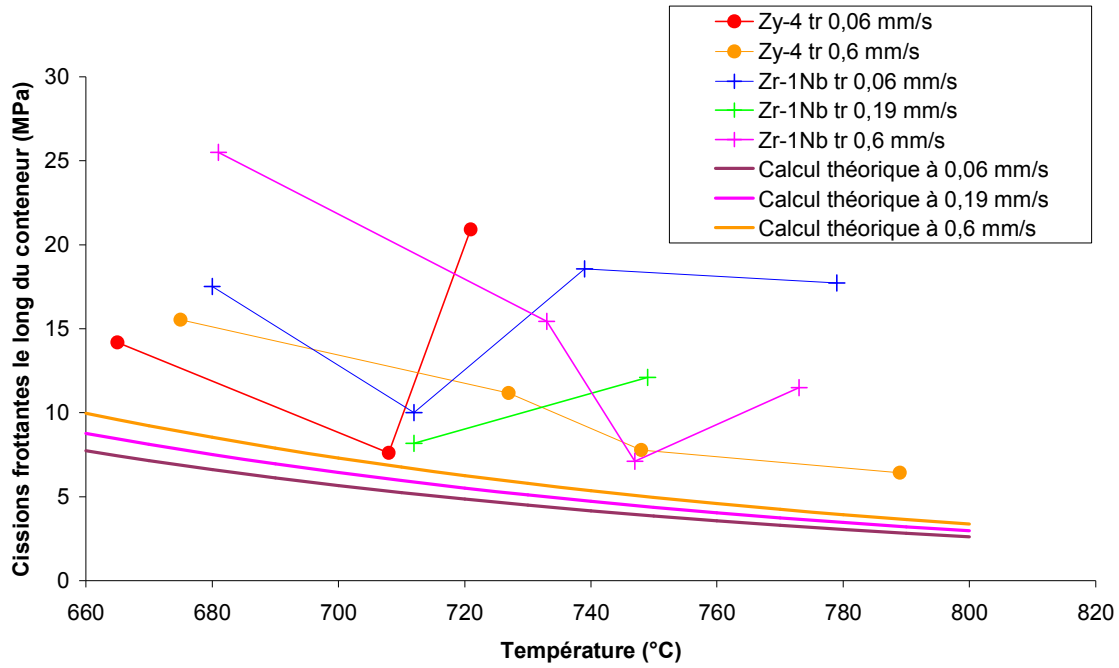


Figure 163 : Cissions frottantes le long du conteneur pour diverses vitesses et températures.

Mini-filage à  $\lambda = \lambda_{ref}$ .

Par ailleurs, le modèle de dépouillement de l'essai de piégeage est simple, mais schématique. Il introduit des incertitudes sur les paramètres rhéologiques du lubrifiant, incertitudes renforcées par l'incertitude sur sa diffusivité thermique. Pour aller plus loin, il faudrait développer une simulation numérique de cet essai permettant d'apprécier l'incertitude associée au modèle de dépouillement.

Comme nous l'avons déjà signalé (voir III.3.1), un autre facteur important est l'état de surface du conteneur qui s'est dégradé au cours des essais. La rugosité de la surface produirait des ruptures locales du dépôt et un frottement direct métal/outil. Les observations de profil de lubrifiant après filage (voir III.3.1) laissaient penser que le film lubrifiant pouvait être rompu pendant le mini-filage du fait de l'hétérogénéité de déformation de l'alliage. Même dans le conteneur, on serait donc en régime mixte de lubrification, avec un niveau moyen de cission supérieur à la cission du film lubrifiant continu. Ainsi, considérant que les hétérogénéités de déformation en surface sont différentes d'un alliage à l'autre du fait des différences de comportement microstructuraux lors de la déformation, ce facteur semble le seul capable d'expliquer la différence importante de frottement des deux alliages.

Revenons brièvement sur le problème de la formation du film lubrifiant au niveau de la filière : le cisaillement du lubrifiant doit élever sa pression  $p$  de  $\sigma_0$  environ. L'équilibre mécanique du film s'écrit approximativement :

$$\frac{dp}{dz} \sim \frac{\tau}{h} \Rightarrow \Delta l \sim h \frac{\sigma_0}{\tau} \quad (\text{Équation 106})$$

où  $z$  est la coordonnée le long de l'axe de la billette et  $\Delta l$  la longueur d'interface métal/conteneur sur laquelle le cisaillement doit se produire pour assurer la montée de

pression nécessaire à la formation du film lubrifiant la filière. Par exemple, à 750°C,  $\sigma_0 \sim 150$  MPa,  $\tau = 7$  MPa,  $h \leq 160 \mu\text{m}$ , on trouve  $\Delta l \leq 3,3 \text{ mm}$ . Ce calcul très sommaire montre que le film s'infiltre très facilement entre le métal et la filière et que le long du conteneur son état de cisaillement est proche du cisaillement simple.

#### ***IV.7.2. Calcul du gradient de déplacement axial (isochrone) par simulation numérique.***

Au chapitre III (voir III.3.2), des mesures de lignes isochrones visualisant le gradient de déplacement axial ont été réalisées en matérialisant avec un film lubrifiant un plan perpendiculaire à l'axe de la billette. Ces essais ont été reproduits numériquement en positionnant des capteurs lagrangiens sur le maillage. Dans la simulation numérique, le frottement est modélisé par un frottement de Tresca, ainsi, la cission frottante  $\tau$  est :

$$\tau = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (0 \leq \bar{m} \leq 1) \quad \text{(Équation 107)}$$

$\sigma_0$  est la contrainte d'écoulement du métal et  $\bar{m}$  le coefficient de frottement de Tresca. Dans le cas standard de simulation de filage, on utilise une valeur de coefficient de Tresca de 0,1 dans le conteneur et de 0,26 en filière. Pour un mini-filage de Zircaloy-4 dans les conditions standard à 750°C, la valeur du coefficient de frottement le long du conteneur est du bon ordre de grandeur compte tenu de la cission expérimentale (voir **Figure 114**) et des données rhéologiques issues des essais de torsion (voir III.1.5). Le frottement le long de la filière est inconnu et l'objectif est d'essayer de voir son incidence sur l'isochrone pour l'estimer. A noter que les variations de coefficients de frottement sont simultanément en filière et au niveau du conteneur.

La **Figure 116** présente la comparaison des résultats expérimentaux et numériques dans le cas d'un filage de Zircaloy-4. Il apparaît ainsi que numériquement, l'isochrone est sensible au frottement. De plus, on constate que les données expérimentales semblent indiquer que le frottement est surévalué dans les conditions standards de simulation. Néanmoins, introduire un frottement nul ne permet quand même pas de reproduire les données expérimentales.

La **Figure 165** montre que sur un cas de mini-filage de Zr-1Nb, les données expérimentales et numériques sont encore plus éloignées que pour le cas précédent du Zircaloy-4.

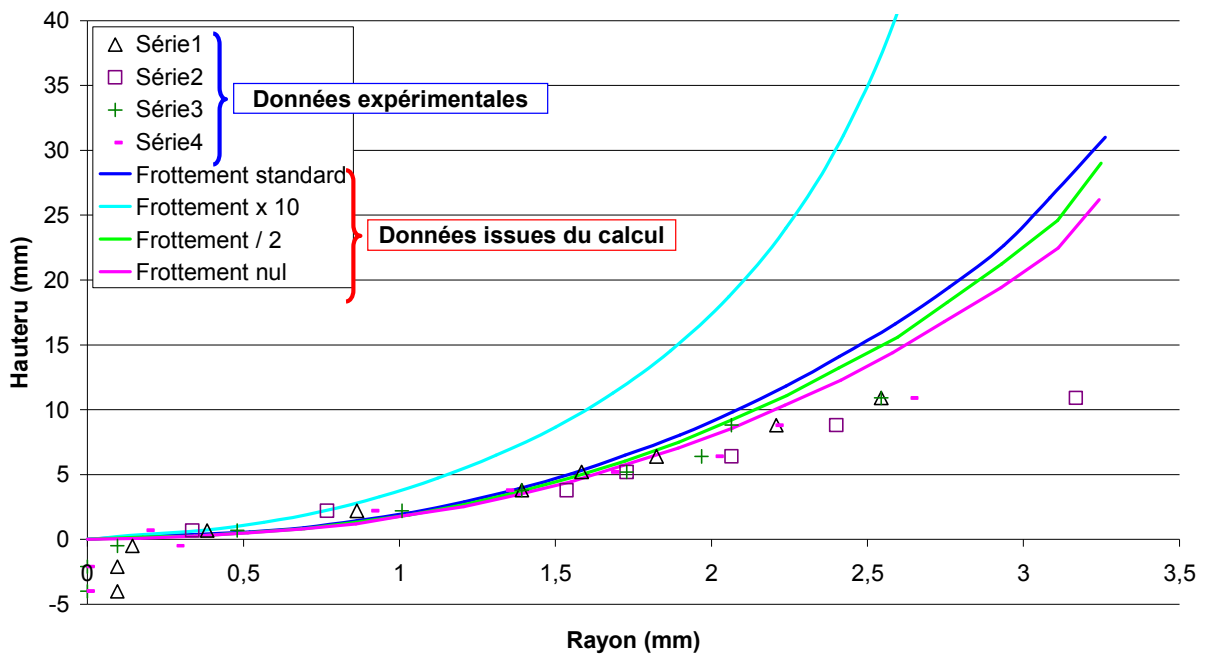


Figure 164 : Profil du marqueur de déformation sur un mini-filage de Zircaloy-4 trempé à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , température initiale de la billette 739°C. Confrontation données expérimentales – simulations numériques.

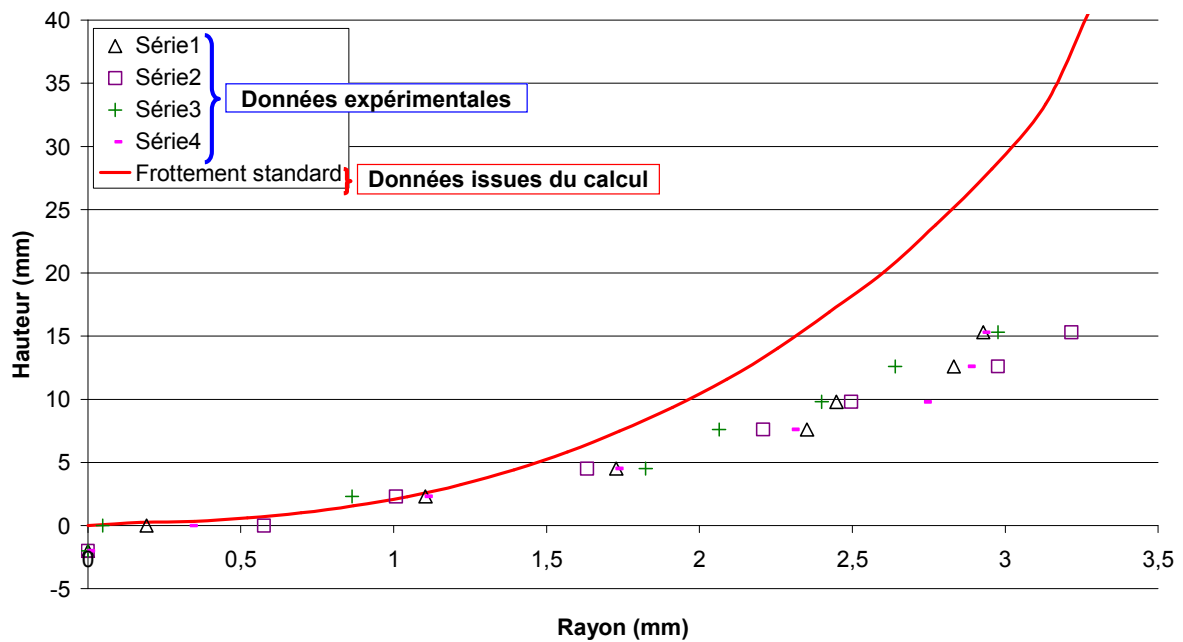
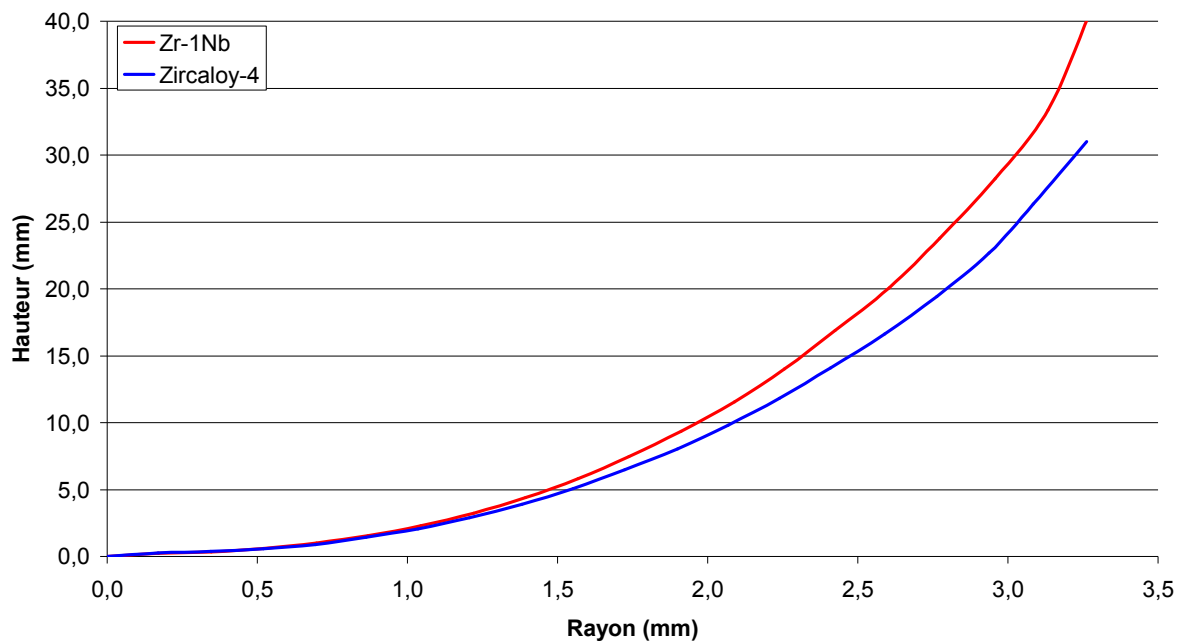


Figure 165 : Profil du marqueur de déformation sur un mini-filage de Zr-1Nb trempé à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , température initiale de la billette 725°C. Confrontation données expérimentales – simulations numériques.

Notons toutefois que cette différence accrue observée en simulation numérique (voir **Figure 166**) est sans doute due à la rhéologie du matériau. En effet, le gradient de déplacement axial est une conséquence du frottement (identique) et de la différence de contrainte d'écoulement entre le cœur et la peau, laquelle dépend des paramètres rhéologiques des matériaux. Ils sont supposés viscoplastiques sensibles à la température. Les résultats montrent que le différentiel cœur/peau de dureté du Zr-1Nb est plus grand que celui du Zircaloy-4. Les simulations démontrent donc in fine que l'isochrone est sensible au frottement **et à la rhéologie**.

Aussi, d'autres effets sont possibles sur le plan expérimental du fait de l'effet de la déformation sur  $\sigma_0$ . Il est observé sur les essais de torsion du chapitre que III qu'à partir d'une certaine déformation, on assiste à un adoucissement. Ainsi, lors d'un mini-filage, cet adoucissement serait logiquement plus marqué en peau puisque la déformation y est plus importante et cela atténuerait le gradient de déplacement axial et expliquerait le décalage entre calculs et expérience à frottement nul.



*Figure 166 : Profil du marqueur de déformation sur un mini-filage de Zr-1Nb trempé à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , température initiale de la billette 725°C et à  $v_{ref}$  et  $\lambda = \lambda_{ref}$ , température initiale de la billette 739°C issus de simulations numériques en conditions de frottement standard.*

### IV.7.3. Discussion.

Les paramètres rhéologiques du lubrifiant fournissent l'ordre de grandeur de la cisssion de frottement le long du conteneur, mais les valeurs mesurées sont 2 à 3 fois plus élevées. Différents éléments laissent à penser qu'un certain nombre de mini-filages n'ont pas bénéficié d'un régime de lubrification hydrodynamique, le frottement étant de ce fait la somme des

cissions du lubrifiant et des cissions des contacts métal/outil. Dans le conteneur, la dégradation par usure de la rugosité du conteneur a dû induire des contacts métal/outil. Les alliages de zirconium se déformant de manière très hétérogène, leur surface devient très rugueuse, ce qui crée de fortes hétérogénéités d'épaisseur du film lubrifiant et sa rupture locale le long de la filière. Il est possible aussi que le grenaillage initial des billettes avant induction ait une influence. Cette conclusion n'est pas forcément valable pour le filage industriel où les outils sont plus froids, réalisés dans un autre alliage. Leur vitesse de dégradation est sans doute très différente. Par ailleurs, le niveau de température moyen du film lubrifiant étant inférieur, sa consistance moyenne plus élevée peut très fortement limiter les ruptures du film lubrifiant.

Nous avons tenté de caractériser le frottement dans la filière en déterminant expérimentalement et numériquement le gradient de déplacement axial à travers le produit filé. Les résultats sont au premier abord décevants, en ce sens que le gradient de déplacement expérimental est plus faible que le gradient théorique obtenu à frottement nul. Toutefois la simulation numérique montre que ce gradient augmente en fait avec le frottement et la différence entre la valeur de la contrainte d'écoulement à cœur et sa valeur en peau, laquelle dépend de la rhéologie du matériau. Les résultats obtenus suggèrent donc que, comme en torsion, la contrainte d'écoulement de ces alliages en filage est une fonction fortement décroissante de la déformation. Il resterait à explorer plus en détail les implications de ce phénomène notamment sur les conditions effectives de déformation de la peau des billettes en filage et leur évolution microstructurale. Ajoutons que le film lubrifiant introduit entre deux billettes peut potentiellement modifier l'écoulement du métal. Ce phénomène pourrait être simulé numériquement en modélisant le filage de 2 corps viscoplastiques, en contact l'un avec l'autre, en supposant une cission de frottement entre les deux parties conforme aux mesures faites en lubrification. La simulation ne serait pas exacte mais pourrait indiquer si oui ou non l'introduction de cette discontinuité peut jouer sur les profils mesurés.

#### *IV.8. Résumé du chapitre.*

Sur la base des conclusions du chapitre III, un modèle microstructural a été mis en place. Celui-ci se base sur les travaux de Gourdet et Montheillet [GOU 03] pour modéliser la fragmentation par CDRX. La modélisation de la croissance de grain, mise en équation sous forme différentielle à partir du formalisme d'Avrami [AVR 39, AVR 40] propose un fonctionnement en deux temps simulant les observations expérimentales in-situ (voir III.2.4.2). A noter que le lien entre ces deux modèles a nécessité le développement d'un modèle de globularisation.

Ainsi, un jeu de paramètres a été identifié pour la modélisation du mini-filage du Zircaloy-4 qui permet une prédiction fiable du taux de recristallisation. Une ébauche de modélisation est aussi proposée pour le cas du Zr-1Nb mais le manque de données expérimentales ne permet pas de le valider.

Le calcul d'un coefficient de frottement se basant sur la rhéologie du lubrifiant en comparaison avec les données expérimentales montre que le mini-filage est en régime mixte de lubrification du fait notamment de la rupture du film lubrifiant induit par l'hétérogénéité de déformation de ces alliages. Aussi, expérience et simulation numérique montrent que le gradient de déplacement axial à travers le produit filé dépend du frottement mais est aussi atténué par l'adoucissement de l'alliage filé.

---

# Conclusions

## Métallurgie.

L'objectif des travaux de thèse en métallurgie sont la caractérisation et la modélisation de l'évolution microstructurale en filage de deux alliages de zirconium (Zircaloy-4 et Zr-1Nb). Les principaux moyens d'essais utilisés furent la torsion et un montage de mini-filage, procédé de mise en forme de laboratoire à mi-chemin entre le filage industriel et les essais classiques de laboratoire, permettant la réalisation de déformation dans des conditions très proches des conditions industrielles.

Les essais de torsion sur Zircaloy-4 et Zr-1Nb ont été faits avec sauts de vitesses. Ils présentent un saut abrupt de contrainte lors d'un saut de vitesse, révélateur d'un comportement de type « alliage », suivi d'un léger stade d'écrouissage typique du comportement d'un « métal pur ». Ainsi, il semble que l'effet de la vitesse de déformation, dans la gamme de température étudiée, est en grande partie indépendant de l'écrouissage. A noter que des essais réalisés à température et vitesse de déformation constantes dégagent les mêmes tendances que les essais de Chauvy [CHA 04].

Le montage de mini-filage, a permis de mettre en évidence deux mécanismes participant à l'évolution de la microstructure lamellaire  $\beta$ -trempée.

- Tout d'abord, on assiste pour les deux alliages à un phénomène de fragmentation de la structure durant la déformation. Il semble que les mécanismes mis en jeu soient la recristallisation dynamique continue (CDRX) et la recristallisation géométrique (GDRX) [CHA 04 & VAN 08]. Cette fragmentation très hétérogène est observable à l'intérieur des amas lamellaires (avec formation de bandes de cisaillement qui sont des lieux de germination de grains recristallisés) et entre ces amas, en effet, en fonction de ses orientations cristallographique et morphologique, un amas lamellaire est plus ou moins déformé/fragmenté. Les observations faites sur le Zr-1Nb  $\beta$ -trempé semblent montrer que sa structure est beaucoup plus fine celle du Zircaloy-4 avant filage comme après. A noter que la caractérisation effectuée au cours de ce travail sur le Zr-1Nb a d'ailleurs été techniquement limitée par la finesse de la structure après déformation. On observe néanmoins une sensibilité de la taille de grain fragmentée à la vitesse de déformation.
- D'autre part, il a été observé, sur le Zircaloy-4, une croissance de grain très active à 750°C. Comme l'a montré Logé [LOG 99] sur des ébauches filées industriellement, cette croissance est très sensible à la température dans la zone 700°C – 800°C et il est raisonnable de considérer qu'elle n'est plus très active



en dessous de 700°C. Il a aussi été montré que cette croissance de grain après traitement thermomécanique était sensible à la vitesse de déformation, mais peu à la déformation totale. Il semble par ailleurs que la croissance de grains  $\alpha$  soit très faible, voire inexistante dans le domaine  $\alpha+\beta$  du Zr-1Nb. Cela peut s'expliquer par un effet d'ancrage dû à la présence de la phase  $\beta$ , mais aussi par la présence de Nb en solution solide.

Des mesures EBSD réalisées séquentiellement lors d'un traitement thermique in-situ dans le MEB d'un échantillon de Zircaloy-4 mettent en évidence les hétérogénéités d'évolutions métadynamiques. En effet, les zones fortement déformées, où l'on trouve beaucoup de grains issus de la fragmentation, semblent permettre une croissance de grain très rapide qui conduit à une recristallisation totale de ces zones en peu de temps. Ensuite, on assiste à deux phénomènes simultanés, d'une part les joints de grains se réorganisent dans les zones recristallisées, et d'autre part les zones peu déformées recristallisent petit à petit, principalement par la croissance des grains fragmentés issus des zones très déformées. Ainsi, la recristallisation métadynamique, initialement très rapide, ralentit ensuite.

Un modèle microstructural a été construit afin de prédire le taux de recristallisation du Zircaloy-4 mini-filé après trempe depuis la phase  $\beta$ . Il s'agit d'une approche en deux étapes ; fragmentation par recristallisation continue (CDRX), puis recristallisation métadynamique (MDRX). Le modèle de fragmentation est basé sur les travaux de modélisation de la CDRX de Gourdet et Montheillet [GOU 03]. Le modèle présente l'avantage de proposer une formulation différentielle permettant d'intégrer une histoire thermomécanique complexe, issue de conditions de mise en forme. La MDRX est modélisée par une approche simple basée sur la description du mouvement des joints de grains tout en adoptant une formulation différentielle afin de pouvoir tenir compte d'une histoire thermique quelconque. A noter que le couplage entre ces deux approches a nécessité la mise au point d'un modèle de « globularisation » permettant d'obtenir une caractérisation microstructurale en terme de densité de grains, fraction recristallisée et taille de grain à partir des données issues du modèle de CDRX. Deux hypothèses fortes ont été faites. D'une part, le mécanisme d'activation de la croissance de grain suppose une probabilité d'activation  $n_a$  constante, ainsi que l'absence de temps d'incubation (activation immédiate, juste après la déformation). D'autre part, la déformation est considérée comme homogène à l'échelle d'un volume élémentaire, alors qu'expérimentalement de fortes hétérogénéités de déformation ont été observées. Les conséquences de ces hétérogénéités de déformation ont toutefois partiellement été modélisées, grâce à une description du phénomène de recristallisation en deux temps, le deuxième temps de cinétique plus lente étant défini à partir d'une taille critique de grains recristallisés.

Le modèle microstructural développé permet finalement d'obtenir des résultats précis dans la gamme de mise en forme étudiée, en terme de prédiction des taux de recristallisation, et pour une microstructure de départ  $\beta$ -trempe. La validité expérimentale du modèle de prédiction des tailles de grain a été moins étudiée, et n'est établie que pour la première phase de la recristallisation (dite « primaire »).

Des mini-filages de Zircaloy-4 réalisés sur une structure initiale équiaxe présentent des différences de tailles de grain par rapport à une structure initiale lamellaire indiquant que la microstructure initiale peut avoir une influence sur la fragmentation et/ou la recristallisation métadynamique. Le taux de recristallisation n'ayant pas été quantifié dans ce cas, aucune comparaison avec les prédictions du modèle n'a été faite.

Le manque de données expérimentales sur le Zr-1Nb ne permet pas de proposer un modèle aussi complet que celui proposé pour le Zircaloy-4. Par conséquent, les seuls travaux réalisés sont une étude de sensibilité d'un modèle sans MDRX, extrapolé à partir de celui du Zircaloy-4 et ajusté à l'aide de données rhéologiques obtenues à partir d'essais de torsion. Les résultats montrent une très faible sensibilité du taux de recristallisation aux conditions de mise en forme. Expérimentalement, il semble aussi qu'une modification des conditions thermomécaniques de mise en forme du Zr-1 Nb influe peu sur la microstructure après filage, tant que l'on reste dans le domaine biphasé. On note cependant que le modèle génère une légère influence de la vitesse de déformation sur la taille de grain finale comme expérimentalement.

### *Tribologie.*

Des essais de piégeage entre deux blocs de Zircaloy-4 de films du lubrifiant solide ont été réalisés à diverses température et vitesses d'écrasement. On a déduit des épaisseurs finales les paramètres d'un modèle de comportement thermo-viscoplastique du lubrifiant (en cisaillement) à l'aide d'une analyse approchée de l'essai.

On a déterminé directement les cissions de frottement en mini-filage dans le conteneur à partir de l'évolution de la force avec le déplacement. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles déduites du modèle rhéologique du lubrifiant, mais elles sont dispersées et plus élevées. En outre, le frottement semble plus important dans le cas du Zr-1Nb que dans le cas du Zircaloy-4, alors que sa contrainte d'écoulement est plus faible dans les mêmes conditions thermomécaniques. Il apparaît donc que la lubrification en conditions de mini-filage n'est pas parfaitement hydrodynamique et qu'il faille plutôt considérer un régime de type mixte. Le caractère biphasé du Zr-1Nb en conditions de filage peut générer des déformations encore plus hétérogènes que celles du Zircaloy-4, qui accentuent la rugosité du métal à l'interface avec le lubrifiant, favorisant l'apparition de zones de contact direct métal/outil et augmentant ainsi les cissions moyennes de frottement.

Des mini-filages ont été réalisés avec des billettes permettant de visualiser le gradient de déplacement axial à travers le produit filé. Numériquement, il a été montré que ce gradient est à la fois sensible au frottement et à la rhéologie du métal. Un calage des lois de frottement a été tenté, mais n'est pas suffisant pour reproduire les données expérimentales. On peut invoquer : (a) la présence même du marquage qui pourrait modifier l'écoulement de la matière et donc les profils d'écoulement mesurés b) une mauvaise prise en compte des

conditions de température réelles dans le conteneur, (c) une description de la rhéologie trop simpliste, car ne prenant pas en compte l'adoucissement du matériau en fonction de la déformation.

---

# Perspectives

## Métallurgie.

Il serait possible par des observations en MET ou par des mesures EBSD faites sur un MEB FEG de compléter la caractérisation des structures issues du mini-filage en Zircaloy-4. Par exemple, une quantification en MET des hétérogénéités de déformation en terme de densité de dislocations d'un amas lamellaires à l'autre après déformation pourrait être faite et permettrait d'avoir plus d'éléments pour analyser la croissance de grain hétérogène. De la même manière, certains paramètres du modèle développé au chapitre 4, comme  $\beta$  ou  $v$ , peuvent en pratique être mesurés à l'aide d'observations fines des microstructures. Des approches statistiques permettraient également d'estimer leurs valeurs (automates cellulaires, ..).

Les travaux réalisés sur le Zr-1Nb montrent la nécessité d'une caractérisation à des échelles impliquant l'utilisation d'un MEB FEG ou d'un MET, du fait de la finesse des structures déformées après trempe. Les investigations à mener seraient ainsi de caractériser la topologie des phases  $\alpha$  et  $\beta$  après chauffage dans le domaine biphasé et après déformation dans ce même domaine. Une caractérisation des sous-structures et d'une possible recristallisation dans la phase  $\alpha$  serait aussi nécessaire. A partir de ces observations, il serait ensuite possible de tester l'influence de la taille et de la nature de la structure initiale sur les évolutions lors de la déformation.

La modélisation de la recristallisation du Zircaloy-4 au filage telle qu'elle est présentée dans ce travail montre certaines limites, en particulier sur la prédiction de taille de grain, notamment à cause des hypothèses de départ. Il serait intéressant d'intégrer au modèle la notion d'orientation cristallographique, de manière à définir des évolutions de densités de dislocations hétérogènes. La recristallisation métadynamique décrirait alors des croissances de grain qui intégreraient ces hétérogénéités de déformation, pour autant que l'on définisse une topologie sommaire (notion de voisinage). Cela permettrait d'obtenir des résultats plus complets et plus représentatifs des hétérogénéités microstructurales observées expérimentalement. Il subsistera néanmoins des travaux à effectuer pour une meilleure compréhension des croissances de grain au-delà de la phase « primaire », notamment pour identifier le rôle des précipités. Certains travaux réalisés autour de la recristallisation après déformation à froid pourront servir de référence [DEW 06], [GER09]. Enfin, afin de réaliser une modélisation de la fragmentation plus précise, le modèle de CDRX de Gourdet Montheillet [GOU 03] pourrait être associé/couplé à un modèle de GDRX en s'inspirant par exemple des travaux de De Pari et al. [DEP08].

La modélisation appliquée au Zr-1Nb proposée dans ce document n'est qu'une ébauche, ainsi, avec plus de données sur les évolutions dynamiques de l'alliage il serait possible de construire un modèle plus précis. Par exemple, une étude des cônes extraits en

cours de filage avec des moyens d'observations performants permettrait de rassembler toutes les données nécessaires. L'amélioration de la modélisation pourrait passer par l'introduction d'un modèle d'écrouissage biphasé, la difficulté consistant bien entendu à identifier les rhéologies individuelles de chacune des phases, et à les exprimer en terme d'évolution de densités de dislocations.

### *Tribologie et simulation numérique du filage.*

L'essai de piégeage s'est révélé fournir des indications intéressantes sur le frottement induit par le lubrifiant solide en mini-filage, mais son modèle de dépouillement introduit certainement des incertitudes sur les valeurs des paramètres rhéologiques, incertitudes qu'il serait intéressant d'estimer en simulant numériquement l'essai de piégeage. On pourrait sans doute ainsi en améliorer l'interprétation. Par ailleurs, la réalisation d'essais d'anneau avec des films minces pourrait permettre d'étudier directement l'effet sur le frottement de l'évolution de la morphologie du film lubrifiant imposée par les hétérogénéités de déformation de l'alliage. On aurait ainsi une première approche du frottement le long de la filière, qui serait siège selon nos résultats d'un régime de lubrification mixte. Ce travail épaulerait et faciliterait considérablement le travail suivant d'étude directe du mini-filage.

Compte tenu des résultats obtenus avec la visualisation, à l'aide d'un film de lubrifiant solide séparant deux petites billettes, du gradient de déplacement axial à travers le produit en filage, il serait intéressant de vérifier numériquement si la présence d'un film à cisssion faible n'influe pas sur ce gradient. En d'autres termes, il s'agirait de simuler numériquement non pas un mini-filage classique, mais la configuration exacte des essais expérimentaux avec prise en compte du film de lubrifiant. Moyennant un recalage de la rhéologie du métal, une loi de frottement du métal sur la filière plus réaliste issue directement des essais de mini-filage pourrait être établie. A noter cependant que le travail est circulaire : pour simuler la configuration expérimentale exacte, on a besoin du comportement du lubrifiant entre les deux parties de billette (cf. plus haut). Une approche itérative serait donc sans doute nécessaire : partant des résultats disponibles sur la lubrification (loi rhéologique du lubrifiant principal) et sur la rhéologie du métal, on pourrait affiner progressivement ces dernières jusqu'à obtenir une mesure numérique de la déformée de la billette composite qui se rapproche le mieux possible des données expérimentales. En tout état de cause, l'amélioration de la description du frottement et du comportement rhéologique du métal, avec notamment la prise en compte de l'adoucissement induit par la déformation, pourrait être vérifiée et guidée par la comparaison des forces de filage expérimentales et issues de la simulation numérique. Enfin, le passage à la simulation numérique du filage industriel rajoute une difficulté liée aux hétérogénéités de température du procédé car les effets thermiques sur la rhéologie du métal mais aussi sur les conditions de frottement doivent être correctement pris en compte.

# Références

- [AKH 73] A. Akhtar, Basal slip in zirconium, *Acta Metallurgica*, vol. 21, pp. 1-11, 1973
- [AVR 39] M. Avrami, Kinetics of phase change I. General theory, *Journal of chemical physics*, vol. 7, pp. 1103-1112, 1939
- [AVR 40] M. Avrami, Kinetics of phase change II. Transformation-time relations for random distribution of nuclei, *Journal of chemical physics*, vol. 8, pp. 212-224, 1940
- [BAQ 75] P. Baqué, J. Pantin, G. Jacob, Theoretical and experimental study of the glass lubricated extrusion process, *Journal of lubrication technology*, pp. 18-24, 1975
- [BAR 74] D. R. Barraclough; C. M. Sellars, Effect of varying deformation conditions during hot torsion testing, "Mechanical Properties at High Rates of Strain", *Institute of Physics*, London, vol. 111-121, pp. 192-193, 1974
- [BAR 03] V. Barranx, Simulation numérique du filage de tube de zirconium sur Forge 3, mémoire de projet de mastère, CEMEF - Ecole des Mines de Paris, 2003
- [BAR 04] S.R. Barrabes, M.E. Kassner, M.T. Perez-Prado, E. Evangelista, Geometric dynamic recrystallization in alpha Zirconium at elevated temperatures, *Materials Science Forum*, vol. 467-470, pp. 1145-1150, 2004
- [BAR 05] P. Barberis, F. Montheillet, C. Chauvy, Variant selection in Zr alloys: how many variants generated from one beta grain?, *Solid State Phenomena*, vol. 105, pp. 133-138, 2005
- [BAR 05 2] V. Barranx, Synthèse sur les mécanismes de déformation plastique et sur la rhéologie des alliages de zirconium, état des lieux en 2005, note interne Cezus, 2005
- [BER 69] Y. Bergström, A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations, *Materials and Science Engineering*, vol. 5, pp. 193-200, 1969
- [BUR 34] W.G. Burgers, On the process of transition of cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, *Physica I*, pp. 561-586, 1934
- [BOU 07] I. J. Boudimbou, Etude métallurgique et tribologique du filage d'un alliage de zirconium : le Zircaloy-4, Rapport de Stage, Cemef – UNSA, 2007
- [BUY 97] F. Buy, J. Farre, J. R. Klepaczeko, G. Talabart, Evaluation of the parameters of a constitutive model for b.c.c. metals based on thermal activation, *Colloque C3, Supplément au Journal de Physique III d'août 1997*
- [CHA 01] D. Charquet, Les phases dans l'alliage de Zr à 1% de Nb, Note interne Cezus, 2001
- [CHA 04] C. Chauvy, Traitements thermomécaniques dans le haut domaine  $\alpha$  du Zircaloy-4 trempé  $\beta$ , Thèse de Doctorat, Ecole des mines de St-Etienne, 2004

- [CHA 05] D. Charquet, Traitements thermiques du zirconium et du hafnium, Techniques de l'ingénieur, M1345, 2005
- [CHA 05 2] D. Charquet, Propriétés du zirconium et du Hafnium, Techniques de l'ingénieur, M560, 2005
- [CHA 06] C. Chauvy, P. Barberis, F. Montheillet, Microstructure transformation during warm working of beta treated lamellar zircaloy-4 within the upper alpha range, Material Science and engineering A, vol. 431, pp. 59-67, 2006
- [CRE 95] J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, Plastic deformation mechanisms of  $\beta$  treated zirconium, Acta metal. mater., Vol. 43, No. 10, pp. 3709-3719, 1995
- [DEP 08] L. De Pari Jr., Wojciech Z. Misiolek, Theoretical predictions and experimental verification of surface grain structure evolution for AA6061 during hot rolling, Acta Mat., accepted 17 august 2008
- [DER 80] J. L. Derep, S. Ibrahim, R. Rouby, G. Fantozzi, Deformation behaviour of zircaloy-4 between 77 and 900 K, Acta Metallurgica, vol. 28, pp. 607-919, 1980
- [DEW 06] N. Dewobroto, Etude de l'évolution de texture lors de la recristallisation et de la croissance de grains d'alliages de titane et de zirconium, Thèse doctorat, Université de Metz, 2006
- [DUN 08] J. Dunlop, Approche par variable interne de fluage et recristallisation des alliages en zirconium, Thèse de doctorat, INPG, 2008
- [EL 07] K. El Bachiri, Etude de l'endommagement en traction du Zy-4 et du M5, Projet de thèse, document interne CEZUS.
- [ELW 04] A. M. Elwazri, E. Essadiqi, S. Yue, Kinetics of metadynamic recrystallization in microalloyed hypereutectoid steels, ISIJ International 44, pp. 744-752, 2004
- [ENG 01] O. Engler, An EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy Al-3%Mg, Scripta Mater., vol. 44, pp. 229-236, 2001
- [FEL 03] : E. Felder, F. Frascati : Un essai de caractérisation du comportement du film d'email lubrifiant une opération de forgeage à chaud, in Les progrès en tribologie par l'ingénierie des matériaux et des surfaces, J. von Stebut (Ed.), Presses polytechniques universitaires romandes, Lausanne, pp. 229-240, 2003.
- [FEL 04] E. Felder, Filage des métaux, Cours de mastère, Approches scientifiques des procédés de mise en forme des métaux, Ecole des Mines de Paris, 2004
- [FEL 08] E. Felder : Lubrification des surfaces lors de la mise en forme, dossiers BM 7 530, BM 7 531, BM 7 532, BM 7 533, Techniques de l'ingénieur, Paris, 2008.
- [FIE 57] D.S. Fields, W.A. Backofen, Proceedings ASTM, vol. 57, pp. 1259, 1957
- [GEN 05 1] S. Genet, Détermination d'un modèle tribologique pour le filage à chaud du Zircaloy 4, rapport de stage, CEMEF, 2005

**[GEN 05 2]** S. Genet, Détermination d'un modèle tribologique pour le filage à chaud du Zircaloy 4, rapport de stage (complément), CEMEF, 2005

**[GER 09]** F. Gerspach, N. Bozzolo, F. Wagner, About texture stability during primary recrystallization of cold-rolled low alloyed zirconium, *scripta materialia*, vol. 60, p. 203-206, 2009

**[GOU 03]** S. Gourdet, F. Montheillet, A model of continuous dynamic recrystallization, *Acta Mater.*, vol. 51, pp. 2685-2699, 2003

**[GRA 06]** S. Graff, Comportement viscoplastique des alliages de zirconium dans la gamme de températures 20°C-400°C: caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement, thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2006

**[HAU 04]** J.-M. Haudin, J.-L. Chenot, Numerical and physical modeling of polymer crystallization Part I: Theoretical and Numerical analysis, *Intern. Polym. Proc.* 19 (2004) 267-274.

**[HER 04]** E. Hersent, Etude rhéologique en torsion et compression à chaud, Rapport de stage, Ecole des Mines de St Etienne, 2004.

**[HOL 77]** K. Holm, J.D. Embury, G.R. Purdy, The structure and properties of microduplex Zr-Nb alloys, *Acta Metallurgica*, vol. 25, pp. 1191-1200, 1977

**[HUA 99]** Y. Huang, F. J. Humphreys, Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase aluminium alloy, *Acta mat.*, vol. 47, pp. 2259-2268, 1999

**[HUM 04]** F. Humphreys; M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, 2004

**[IMM 71]** J. P. A. Immarigeon, J. J. Jonas, Flow stress and substructural change during the transient deformation of ARMO Fe and Si Steel, *Acta Metall.*, vol. 19, pp. 1053, 1971

**[JON 03]** J. J. Jonas, E. I. Poliak, The critical strain for dynamic recrystallization in rolling mills, *Materials Science Forum*, vol. 426-432, part 1, pp. 57-66, 2003

**[KAP 05]** R. Kapoor, J.K. Chakravarty, C.C. Gupta, S.L. Wadekar, Characterization of superplastic behaviour in the ( $\alpha$ + $\beta$ ) phase field of Zr-2.5 wt.% Nb alloy, *Material Science and engineering A*, Vol. 392, pp.191-202, 2005

**[KLE 75]** J. Klepaczko, Thermally activated and strain rate history effects for some polycrystalline f.c.c. metals, *Materials Science and Engineering*, vol. 18, pp. 121-135, 1975

**[LAA 91]** A. Laasraoui, J. J. Jonas, Prediction of steel flow stresses at high temperature and strain rates, *Metallurgical transactions A*, vol. 22A, pp. 1545-1558, 1991

**[LOG 99]** R. Logé, Influence des conditions thermomécaniques et de la microstructure sur les évolutions de texture cristallographique du zircaloy-4 en mise en forme à chaud, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1999



- [LOG 05] R. Logé, M. Minvielle, E. Cini, A. Le Floc'h, E. Felder, Development of a laboratory apparatus for tribology and rheology parameters identification, Proc. 8th Esaform Conference on Material Forming, Cluj Napoca, Romania, April 27-29, 569-572, 2005
- [LUT 69] M.J. Luton, C. M. Sellars, Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation, *Acta Mater.*, vol. 17, pp. 1033-1043, 1969
- [LUT 72] M.J. Luton, J.J. Jonas, Solute strengthening at high temperatures in zirconium-tin alloys, *Canadian Metallurgical quarterly*, vol. 11, pp. 79-90, 1972
- [MED 96] S. F. Medina, C. A. Hernandez, Modelling of the dynamic recrystallization of austenite in low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater.*, vol. 44, pp. 165-171, 1996
- [MEH 80] B.N. Mehrotra, K. Tangri, High temperature (600-800°C) thermally activated deformation behaviour of alpha-zircaloy-4-oxygen alloys, *Acta Metallurgica*, vol. 28, pp. 1385-1394, 1980
- [MIN 96] K. Minami, F. Siciliano Jr., T. M. Maccagno, J. J. Jonas, Mathematical modeling of mean flow stress during the hot strip rolling of Nb steels, *ISIJ International* 36, pp. 1507-1515, 1996
- [MIN 04 1] M. Minvielle, Mise au point d'un essai de mini filage de zircaloy 4 permettant une étude de la tribologie et de la rhéologie du procédé, rapport de projet, Mastère MATMEF CEMEF, 2004
- [MIN 04 2] M. Minvielle, Mise au point d'un essai de mini filage de zircaloy 4 permettant une étude de la tribologie et de la rhéologie du procédé, rapport de stage, Mastère MATMEF CEMEF, 2004
- [MON 93] W.A. Monteiro, M.G. Yamaue, Some aspects on the evolution of the recovery and recrystallization of zirconium-niobium alloys, *Materials science forum*, vol. 113-115, pp. 251-256, 1993
- [MON 05] F. Montheillet, Moving grain boundaries during hot deformation of metals: dynamic recrystallization, Moving interfaces in crystalline solids (CISM International centre for mechanical sciences, N° 453), F.D Fischer., E. Schmid, 2005
- [NOR 75] D.O. Northwood, I.M. London, L.E. Bahen, Elastic constants of zirconium alloys, *Journal of nuclear materials*, vol. 55, pp. 299-310, 1975
- [PER 83] C. Perdrix, Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours de la déformation à chaud, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1983
- [PER 93] M. Pernot, J. Sejournet, Filage de l'acier et des métaux difficiles à déformer, *Techniques de l'ingénieur*, M640, 1993
- [POC 92] A. A. Pochettino, N. Gannio, C. Vial Edwards, R. Penelle, *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 27, pp. 1859-1863, 1992
- [ROB 73] W. Roberts, Y. Bergström, The stress-strain behaviour of single crystals and polycrystals of f.c.c. metals - A new dislocations treatment, *Acta Metal*, vol. 21, 1973

- 
- [SAN 75] R. Sandström, R. Lagneborg, A model for hot working occurring by recrystallization, *Acta Mat.*, vol. 23, pp. 387-398, 1975
- [SEJ 54] J. Séjournet, The glass extrusion process for the hot extrusion of steel, *Iron & Steel*, London, 1954.
- [TEN 88] E. Tenckhof, Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in zirconium and zircaloy, *ASTM*, 1998
- [TRI 05] R. Tricot, Zirconium et Hafnium, *Métallurgie, Techniques de l'ingénieur*, M2360, 2005
- [VAN 08] N. Vanderesse, Morphologie et déformation à chaud de microstructures lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane, *Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de St Etienne*, 2008